UNIVERSITÉ DE SHERBROOKE

FACULTÉ DES SCIENCES APPLIQUÉES

DÉPARTEMENT DE GÉNIE CHIMIQUE

Sherbrooke / Québec / Canada

# VALORISATION DES BOUES BIOLOGIQUES PETROLIERES PAR DECOMPOSITION THERMIQUE SOUS VIDE

Rapport final préparé par

Christian Roy, Jean-Pierre Larouche,
Bruno de Caumia
Université de Sherbrooke

à l'intention de

CANMET/E.M.R.
Contrat A.S.C. No. 20ST-23440-4-9310

15 mars 1986

1ST84-00455

# VALORISATION DES BOUES BIOLOGIQUES PETROLIERES PAR DECOMPOSITION THERMIQUE SOUS VIDE

Rapport final préparé par

Christian Roy, ing., Ph.D.
Jean-Pierre Larouche, chim.
Bruno de Caumia, ing., M.Sc.A.

Université de Sherbrooke
Département de génie chimique

à l'intention de

Dr. Jacques Monnier

CANMET
Energie, Mines et Ressources Canada
Contrat ASC. No. 20ST-23440-4-9310

15 mars 1986

91 AP

MICROMEDIA

# TABLE DES MATIERES

SOMMAIRE

LISTE DES TABLEAUX

LISTE DES FIGURES

LISTE DES ANNEXES

1. INTRODUCTION

2. METHODE EXPERIMENTALE

    2.1 Echantillonnage et caractérisation des boues
    2.2 Essais de pyrolyse sous vide
    2.3 Caractérisation des produits
    2.4 Extraction au soxhlet des boues biologiques

3. RESULTATS

    3.1 Bilan de masse et rendements
    3.2 Caractérisation des produits
    3.3 Extraction au soxhlet des boues brutes et des résidus solides

4. DISCUSSION

    4.1 Valorisation des boues biologiques par pyrolyse sous vide
    4.2 Analyse chimique des produits pyrolytiques
    4.3 Extraction au soxhlet des boues biologiques

5. RECOMMANDATIONS

# SOMMAIRE

On a effectué en laboratoire la décomposition thermique sous vide de deux types de boues biologiques produites par l'industrie pétrolière. Les boues brutes de la raffinerie Pétro-Canada à Montréal contiennent environ 51% de matières inorganiques et 15% d'eau. Les boues obtenues de la raffinerie montréalaise de Gulf (aujourd'hui Ultramar) comprennent 63% d'eau et 3% de matières inorganiques. Le contenu en matières organiques de ces boues est équivalent à environ 34%.

La pyrolyse sous vide à la température de 400°C permet d'obtenir la production maximale de dérivés organiques liquides à partir de l'un ou l'autre des stocks bruts de départ, soit 26% dans le cas des boues Pétro-Canada et 31% dans le cas des boues Gulf. Sur une base organique, la récupération de la matière de départ est élevée, soit 74% dans le cas des boues Pétro-Canada et 97% dans le cas des boues de Gulf.

Nos analyses de laboratoire effectuées sur les échantillons organiques liquides (ci-après dénommés "huiles") produits, combinées à celles effectuées par les pétrolières, semblent indiquer que ces produits sont recyclables dans le procédé de raffinage des bruts pétroliers. Les huiles produites sont d'ailleurs analogues sur plusieurs plans aux dérivés pétroliers présents dans l'usine de raffinage. La fraction légère des huiles du procédé est également semblable à la coupe diesel disponible sur le marché.

Les rendements en huiles et en résidus solides obtenus par le traitement thermique considéré sont quasiment identiques à

ceux obtenus en laboratoire par extraction/soxhlet au dichlorométhane des boues brutes initiales. Pour atteindre toutefois les rendements obtenus en quelques minutes par l'effet combiné de la chaleur et de la succion du vide, l'extraction au soxhlet doit être prolongée sur une période de 60 heures. Les huiles extraites par extraction au dichlorométhane sont en apparence semblables à celles obtenues par pyrolyse. L'ensemble de ces résultats semblerait donc indiquer que le processus de production "d'huiles pyrolytiques" relève plus de la distillation que de la pyrolyse.

L'approche utilisée permet d'obtenir à partir des boues biologiques trois principaux produits dont la séparation de phase est très nette. A basse température, l'eau d'humidité ainsi que l'eau de formation chimique. A température intermédiaire, la phase liquide organique, séparément de la phase comprenant les résidus solides. Très peu de gaz pyrolytique est formé au-delà de 400°C.

L'approche de "pyrolyse sous vide" considérée dans cette étude permettrait de valoriser de façon optimale les déchets représentés par les boues biologiques. Les huiles produites pourraient être recyclées directement dans la raffinerie, alors qu'on pourrait disposer des produits secondaires par le recyclage de la phase aqueuse dans le système de traitement biologique existant à l'usine et par l'enfouissement probablement acceptable des résidus solides stériles dérivés du procédé (surtout composés de matières inorganiques).

A cause de leur nature solide/liquide, les boues biologiques ne peuvent aucunement être assujetties à un traitement par

distillation conventionnelle (colonne à distiller). Les auteurs recommandent la poursuite des travaux de R et D sur ce sujet au moyen d'un four opérant sous vide, du type vis d'Archimède, afin de parfaire les données d'ingénierie préliminaires obtenues.

Les auteurs du présent rapport envisagent de présenter prochainement, en association avec l'industrie privée, une proposition de recherche spontanée dans ce sens.

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 2.1 - Caractérisation des échantillons de boues biologiques de départ (% p/p)

Tableau 3.1 - Rendements suite aux essais de pyrolyse sous vide des boues biologiques à différentes températures
Base: échantillon tel que reçu (% p/p)

Tableau 3.2 - Rendements suite aux essais de pyrolyse sous vide des boues biologiques à différentes températures
Base: échantillon anhydre et sans cendres (% p/p)

Tableau 3.3 - Analyse des huiles pyrolytiques produites à différentes températures

Tableau 3.4 - Métaux identifiés dans les huiles pyrolytiques Pétro-Canada produites à 407°C

Tableau 3.5 - Caractérisation des huiles pyrolytiques par les pétrolières

Tableau 3.6 - Détermination de l'eau présente dans les produits liquides (% p/p)

Tableau 3.7 - Analyse des résidus solides (% p/p)

Tableau 3.8 - Analyse des gaz incondensables
Base: % p/p sur le mélange gazeux

Tableau 4.1 - Distillation simulée des huiles obtenues par pyrolyse de boues biologiques à différentes températures (% p/p)

Tableau 4.2 - Contenu calorifique en kcal des produits de la pyrolyse pour 100 g de boues biologiques anhydre et sans cendres

Tableau 4.3 - Analyse chromatographique comparée des huiles pyrolytiques et des huiles extraites au dichlorométhane obtenues à partir des boues Pétro-Canada

Tableau 4.4 - Rendement comparé en huiles fractionnées obtenues par pyrolyse à 108°C suivi de l'extraction du résidu solide à 108°C et celui obtenu par pyrolyse à 497°C des boues Pétro-Canada (% p/p)

LISTE DES FIGURES

Figure 2.1 - Schéma de l'unité de laboratoire pour la pyrolyse batch des boues biologiques

Figure 2.2 - Analyse chromatographique d'un mélange standard d'hydrocarbures

Figure 2.3 - Courbe de calibration de l'analyse chromatographique d'un mélange standard d'hydrocarbures

Figure 2.4 - Analyse chromatographique de l'échantillon d'huile pyrolytique Gulf

Figure 2.5 - Distillation simulée de l'huile pyrolytique de l'échantillon Gulf

Figure 3.1 - Influence de la température de pyrolyse sur les rendements en produits pyrolytiques
Base boues biologiques anhydres et sans cendres

Figure 3.2 - Analyses chromatographiques des huiles pyrolytiques Pétro-Canada produites à différentes températures

Figure 3.3 - Analyse chromatographique des huiles Gulf et Pétro-Canada produites à température de pyrogénation élevée

Figure 3.4 - Extraction au dichlorométhane des boues biologiques Pétro-Canada et comparaison avec les rendements obtenus par pyrolyse

Figure 3.5 - Pyrolyse des boues biologiques Pétro-Canada à 108°C et extraction au dichlorométhane du résidu pyrolytique

Figure 4.1 - Analyse chromatographique comparée de l'huile pyrolytique Pétro-Canada produite à 108°C et du carburant diesel commercial

Figure 4.2 - Influence de la température de pyrolyse sur la qualité des huiles pyrolytiques dérivées des boues Pétro-Canada

Figure 4.3 - Influence de la température de pyrogénation sur la qualité des résidus solides de la pyrolyse des boues Pétro-Canada

Figure 4.4 - Influence de la température de pyrolyse sur la valeur calorifique des résidus solides obtenus à partir des boues Pétro-Canada
Base: résidu solide tel que produit

Figure 4.5 - Comparaison des chromatogrammes des huiles pyrolytiques obtenues à 497°C à partir des boues Pétro-Canada et des huiles extraites avec le dichlorométhane à partir des boues brutes.

Figure 4.6 - Chromatogrammes des huiles pyrolytiques produites à 108°C et à 497°C à partir des boues Pétro-Canada et des huiles extraites du résidu pyrolytique produit à 108°C.

## LISTE DES ANNEXES

1- Lettre de Pétro-Canada

2- Normes - Naphte CAN2-3.27-M81

3- Normes - Mazout de chauffage CAN2-3.2-M81

4- Normes - Combustible diesel à haute stabilité 3-GP-30M

5- Standard specification for fuels oils ASTM D 396-80

## 1. INTRODUCTION

Le traitement des boues biologiques dérivées des unités de biodégradation des industries pétrolières constitue un problème important pour ce type d'industrie. En absence de méthode de valorisation complète, ces déchets que représentent les boues doivent être disposées à grand frais la plupart du temps par incinération. Les coûts qui en découlent, soit de 100 000 $ à 500 000 $ annuellement dépendant de la capacité de la raffinerie, sont importants pour cette industrie.

Le marché du nettoyage des installations pétrolières est d'ailleurs très vaste et il se divise en trois sous-marchés principaux.

A) Les raffineries fermées, qui représentent le marché le plus accessible. En Europe seulement, le Comité Professionnel du Pétrole estime à 150 millions de tonnes par an, la capacité des raffineries ainsi fermées, ce qui situe à environ 300,000 tonnes le volume des résidus. Ces résidus ne peuvent être conservés en storage indéfiniment, suite aux problèmes de corrosion et de détérioration des tanks qui peuvent survenir, avec les conséquences que l'on peut imaginer sur l'environnement. Egalement la vente des raffineries fermées ou terrains où celles-ci sont situées, passerait par le nettoyage ou la disposition de tous ces résidus.

B) Les raffineries en service qui représentent encore le marché le plus important. On estime que le rapport "tonnes de résidus à traiter/tonnes de brut raffinées annuellement" est de 0.6 à 1.2%, par suite des longues périodes sans nettoyage des réservoirs de stockage (Rapport de la Société GARAP, France, intitulé: Unités de traitement des boues de pétrole).

C) Les pays producteurs représentent le marché dont le potentiel est à long terme le plus important. Par exemple, l'Arabie Saoudite produit 7 millions de barils par jour, ce qui représente 7,000 barils de dépôts par jour.

L'approche proposée dans la présente étude n'est pas réservée à la valorisation des seules boues biologiques pétrolières mais vise également le marché plus vaste mentionné ci-haut.

## 2. METHODE EXPERIMENTALE

### 2.1 Echantillonnage et caractérisation des boues biologiques

Les boues biologiques pétrolières sont de nature très différente selon leur provenance. Ceci a nécessité un traitement préalable différent pour chacun des échantillons.

#### Echantillon Gulf Canada

L'échantillon de boues biologiques a été reçu de la raffinerie Gulf Canada Ltée à Montréal. Cette raffinerie est aujourd'hui la propriété d'Ultramar.

Le contenant de 20 $dm^3$ qui a été expédié à nos laboratoires était composé d'une phase liquide avec un faible dépôt de matière solide au fond du baril. Une agitation vigoureuse de bas en haut avec une cuillère suffit à en faire un échantillon homogène.

#### Echantillon Pétro Canada

Cet échantillon nous a été expédié par la raffinerie Pétro-Canada de Montréal. Le contenant de 20 $dm^3$ expédié par la raffinerie contenait un mélange très difficile à homogénéiser. Une phase liquide d'huile recouvrait le dessus d'une phase solide très importante en volume. Un essai de pyrolyse a été effectué à 520°C sur un échantillon tel quel nommé "Pétro-Canada total".

Par la suite, dans le but de faciliter l'homogénéisation et par conséquent le prélèvement d'un échantillon représentatif, nous avons laissé décanter les boues; la phase liquide supérieure fut simplement déversée dans un autre contenant. La phase liquide ainsi prélevée constituait 6% p/p de l'échantil-

lon total.

Avant chaque prélèvement d'échantillon en vue des essais de pyrolyse, le contenant des boues libérées de la phase huileuse supérieure, était vigoureusement agité. Malgré une homogénéisation fréquente de l'échantillon, nous avons observé avec le temps des changements dans la composition des boues Pétro Canada. En particulier le contenu en eau d'humidité a diminué durant les 4 mois séparant les essais de pyrolyse effectués à 497 et à 407°C (juin 1985) et ceux à 316, 198 et 108°C (octobre 85). De plus on a observé que la teneur en cendres était plus variable à mesure qu'on atteignait le fond du réservoir. Le Tableau 2.1 regroupe les principales données moyennes sur les deux échantillons de boues biologiques.

Caractérisation

Les échantillons de boues biologiques ont été caractérisés en fonction des analyses suivantes:

| Type d'analyse | Méthode |
|---|---|
| Eau (par distillation) | ASTM D 95 |
| Cendres | ASTM D 482 |
| Valeur calorifique | ASTM D 240 |
| Analyse immédiate | Appareillage Leco Mac 400 |
| Analyse élémentaire CHN | Appareillage Perkin-Elmer 240 C |
| Soufre | ASTM D 129 |

## 2.2 Essais de pyrolyse sous vide

Tous les essais de décomposition thermique ont été effectués dans un réacteur en acier d'un volume de 10 litres. Un schéma du montage expérimental est présenté à la Figure 2.1. La charge est placée dans le réacteur chauffé de l'extérieur par des résistances électriques. Les vapeurs produites sont

TABLEAU 2.1 - CARACTERISATION DES ECHANTILLONS DE BOUES BIOLOGIQUES (% p/p)

| ECHANTILLON | TENEUR EN HUMIDITE* | CONTENU EN CENDRES* | VALEUR CALOFIFIQUE (base organique) ($kcal\ kg^{-1}$) | ANALYSE ELEMENTAIRE** | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | | C | H | N | S | O |
| Pétro-Canada | 14.6[a] | 50.7[b] | 2320[c] | 80.6 | 10.4 | 0.2 | 1.3 | 7.5 |
| Gulf | 62.6 | 2.6 | 3120 | 90.0 | 7.9 | 1.5 | 0.6 | 0 |

a - La variabilité est de 4%
b - La variabilité est de 5%
c - La variabilité est de 9%

* Base: tel que reçu

** Base: anhydre et sans cendres

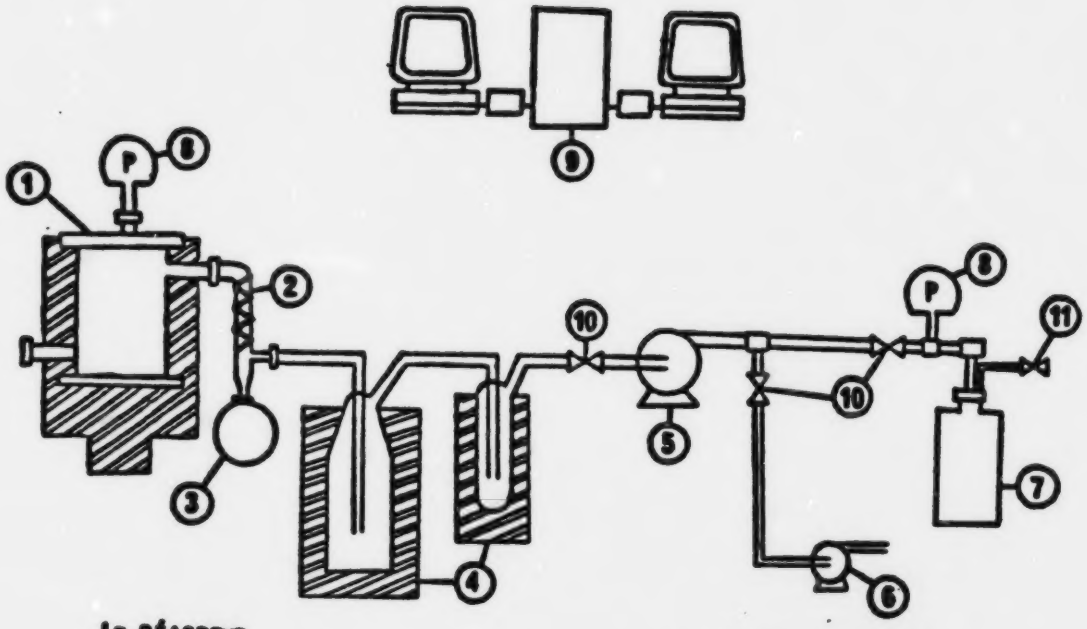



Figure 2.1 - Schéma de l'unité de laboratoire pour la pyrolyse batch des boues biologiques.

aspirées hors de l'enceinte réactionnelle à travers une série de condenseurs maintenus à des stages de températures de refroidissement de 50°C, -20°C et -80°C. Les gaz incondensables sont soutirés à l'aide d'une pompe mécanique d'une capacité de 415 $dm^3$ $min^{-1}$ et dirigés vers un réservoir préalablement mis sous vide.

Un système d'acquisition et d'enregistrement de données est relié au montage. Ce système permet de suivre en continu les pressions dans le réacteur et dans le réservoir d'accumulation des gaz grâce à des manomètres électroniques. De plus, le microordinateur interfacé avec des thermocouples permet de contrôler le taux de chauffage du réacteur et le débit d'eau de refroidissement dans le condenseur à 50°C.

Un échantillon d'environ 2 kg est pesé puis placé dans le réacteur. Le système est monté et le niveau des fuites est évalué; celles-ci ne doivent pas dépasser 0.02 mole de gaz par heure. La pression dans le réacteur est réduite à 5 mm Hg puis le réacteur est rapidement chauffé jusqu'au palier de 100°C. Durant une période d'environ 2 heures, on observe alors l'évaporation de l'eau et des produits les plus volatils, ce qui fait chuter la température de la charge dans le réacteur sous le palier des 20°C. Après l'évaporation de l'eau, la charge est chauffée de 2°C par minute jusqu'à la température finale désirée puis maintenue à cette température pour environ 2 heures. La pression dans le réacteur ne dépasse pas 50 mm Hg (absolu) même durant la période de production maximale des vapeurs et gaz.

Après la réaction et le refroidissement du réacteur, les quantités produites de solides, liquides et gaz sont mesurées et les divers produits sont caractérisés d'après les tests décrits à la section 2.3 du rapport.

## 2.3 Caractérisation des produits

Les produits de la pyrolyse des boues biologiques sont sous forme liquide, solide et gazeuse. La présente section décrit les différents tests qui ont été utilisés pour caractériser ces produits.

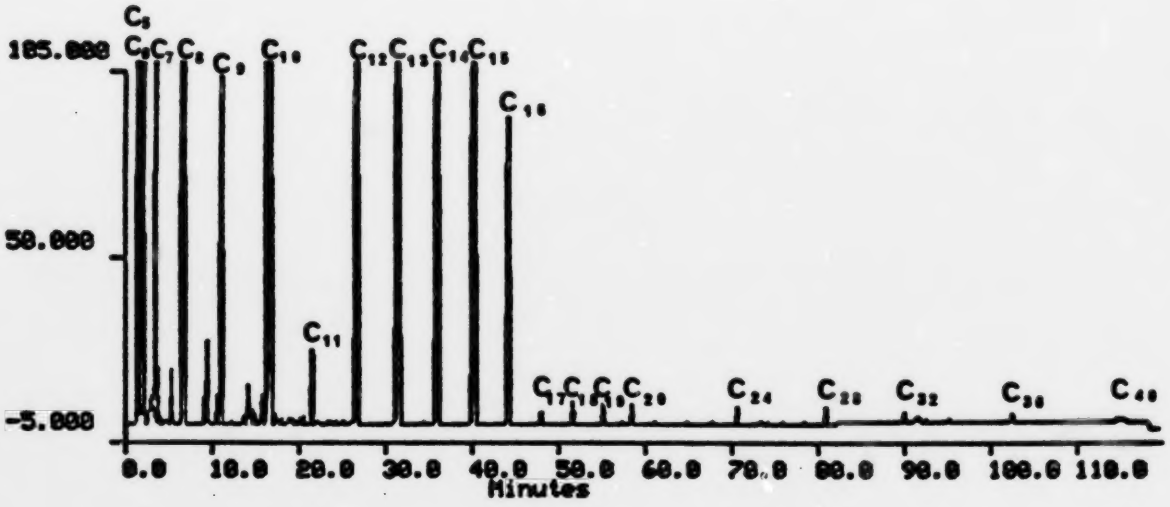
*Huiles pyrolytiques*

Les analyses standards suivantes ont été appliquées sur les produits liquides de la décomposition des boues biologiques:

| Analyse | Méthode |
|---|---|
| Eau | Titrage par réactif Karl-Fischer |
| Valeur calorifique | ASTM D 240 |
| Analyse élémentaire CHN | Appareillage Perkin-Elmer 240 C |
| Soufre | ASTM D 129 |
| Métaux: V, Ni, Na, Cu, Fe | Absorption atomique (après digestion de l'huile) |

Une analyse par chromatographie gazeuse des huiles pyrolytiques produites a également été effectuée. D'après cette procédure, l'échantillon liquide est injecté et vaporisé à travers une colonne chromatographique où les hydrocarbures sont séparés suivant leur point d'ébullition.

En injectant un mélange standard d'hydrocarbures (Figure 2.2) on trace une courbe de calibration reliant les temps de rétention dans la colonne aux points d'ébullitions à 760 mm Hg (Figure 2.3). Pour chaque échantillon analysé (voir chromatogramme typique à la Figure 2.4), on obtient la distribution




| TEMPS DE RETENTION (MIN) | IDENTIFICATION DU PIC | POINT D'EBULLITION A 760 mm Hg (°C) |
|---|---|---|
| 1.42 | n-C5 | 36 |
| 1.94 | n-C6 | 69 |
| 3.49 | n-C7 | 98 |
| 6.85 | n-C8 | 126 |
| 11.24 | n-C9 | 151 |
| 16.79 | n-C10 | 174 |
| 21.57 | n-C11 | 196 |
| 26.87 | n-C12 | 216 |
| 31.65 | n-C13 | 235 |
| 36.17 | n-C14 | 253 |
| 40.43 | n-C15 | 271 |
| 44.43 | n-C16 | 287 |
| 48.18 | n-C17 | 302 |
| 51.80 | n-C18 | 317 |
| 55.28 | n-C19 | 331 |
| 58.64 | n-C20 | 344 |
| 70.78 | n-C24 | 391 |
| 81.12 | n-C28 | 432 |
| 90.16 | n-C32 | 468 |
| 102.69 | n-C36 | 498 |
| 115.35 | C40 | 525 |

Figure 2.2 - Analyse chromatographique d'un mélange standard d'hydrocarbures.

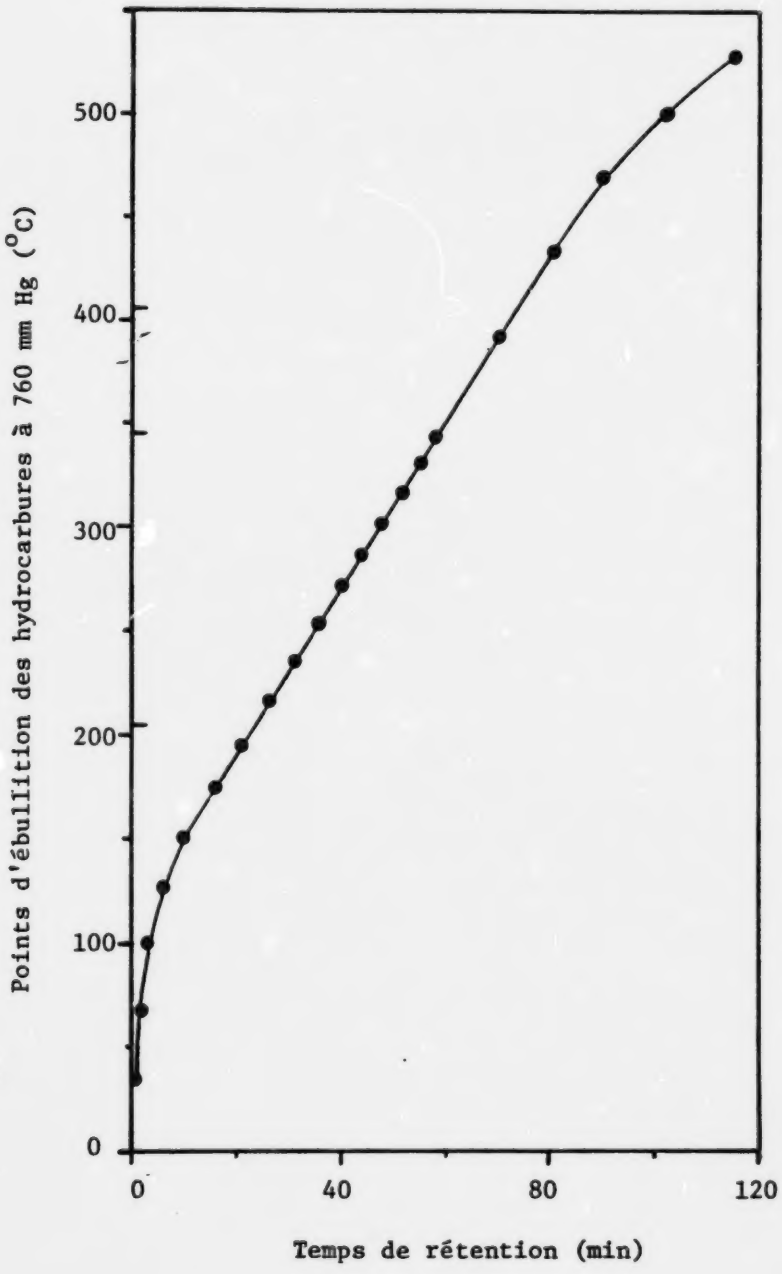
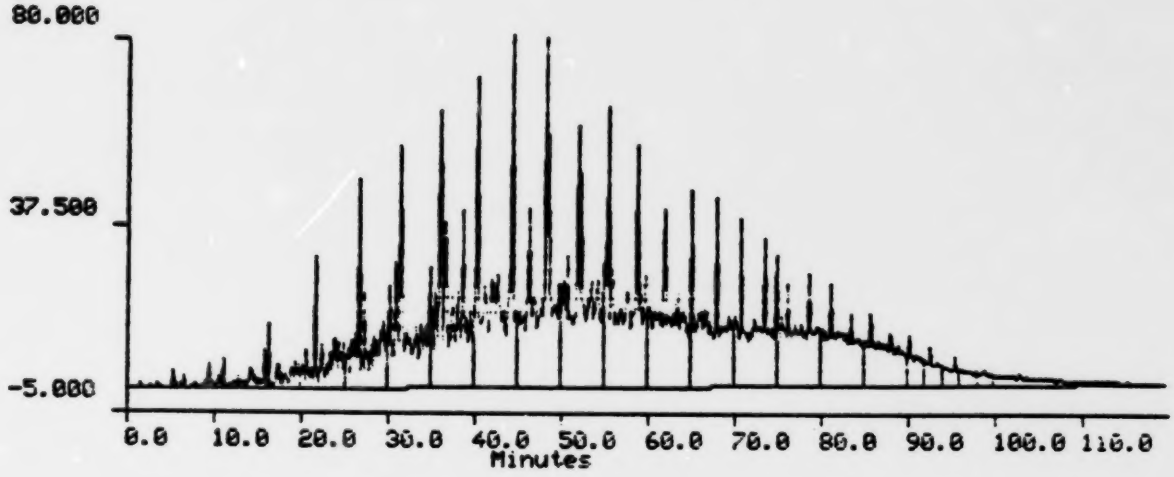



Figure 2.3 - Calibration résultant de l'analyse chromatographique d'un mélange standard d'hydrocarbures.




| TEMPS DE RETENTION (MIN) | AIRE | AIRE CUMULATIVE (%) |
|---|---|---|
| 8.01 | 225104 | 0.31 |
| 10.08 | 146426 | 0.51 |
| 12.01 | 160717 | 0.73 |
| 13.95 | 147905 | 0.94 |
| 16.02 | 341713 | 1.42 |
| 17.95 | 359093 | 1.92 |
| 20.02 | 398788 | 2.47 |
| 25.06 | 1814704 | 4.99 |
| 29.97 | 2875949 | 8.99 |
| 35.00 | 4357309 | 15.05 |
| 40.04 | 5694165 | 22.97 |
| 44.95 | 6503852 | 32.01 |
| 49.99 | 6658151 | 41.27 |
| 55.03 | 6550860 | 50.38 |
| 60.06 | 6641703 | 59.62 |
| 64.97 | 5086567 | 66.69 |
| 70.01 | 4837880 | 73.42 |
| 75.05 | 4572506 | 79.78 |
| 79.95 | 4230731 | 85.66 |
| 84.99 | 3641266 | 90.72 |
| 90.03 | 2869523 | 94.71 |
| 91.97 | 845816 | 95.89 |
| 94.03 | 692989 | 96.85 |
| 95.97 | 506829 | 97.55 |
| 98.04 | 403234 | 98.11 |
| 99.98 | 322711 | 98.56 |
| 119.22 | 1021390 | 99.98 |

Figure 2.4 - Analyse chromatographique pour l'échantillon d'huiles pyrolytiques Gulf.

des points d'ébullition en portant sur un graphique l'aire cumulée en fonction du temps de rétention (Figure 2.5).

Les conditions opératoires sont les suivantes:

Chromatographe: Vista 6000 de Varian

Injection : Split 1/100
Température 295°C
Volume 0.3 µl

Colonne : Capillaire de 30 m, diamètre 0.25 mm
Phase liquide DB-5, 0.25 µm d'épaisseur
Débit He gaz vecteur .8 $cm^3$ $min^{-1}$
Programmation de température:
30°C, 3 min; 3°C $min^{-1}$; 290°C, 30 min

Détection : Ionisation de flamme
Température 300°C
Débit des gaz $H_2$ 30 $cm^3$ $min^{-1}$
Air 300 $cm^3$ $min^{-1}$

Intégration : Ordinateur Professionnel 350 de Digital équipé du système d'acquisition Waters 840 version 3.0

La méthode de distillation simulée par chromatographie gazeuse n'est pas reconnue comme un standard par l'industrie pétrolière. Ainsi notre méthode qui se compare en plusieurs points à la méthode ASTM D 2887 ne peut servir de standard absolu, mais elle permet pour nos besoins de comparer entre elles les huiles pyrolytiques.

Les analyses décrites précédemment ont été effectuées dans nos laboratoires. A noter que les analyses effectuées sur la portion organique liquide l'ont été sur l'ensemble des huiles récupérées dans les différents condenseurs (voir items #3 et #4 sur la Figure 2.1), après avoir mis en un seul mélange ces différentes fractions. Certaines analyses pétrolières ont cependant été effectuées par les raffineries elles-mêmes sur les huiles pyrolytiques qui les concernaient.

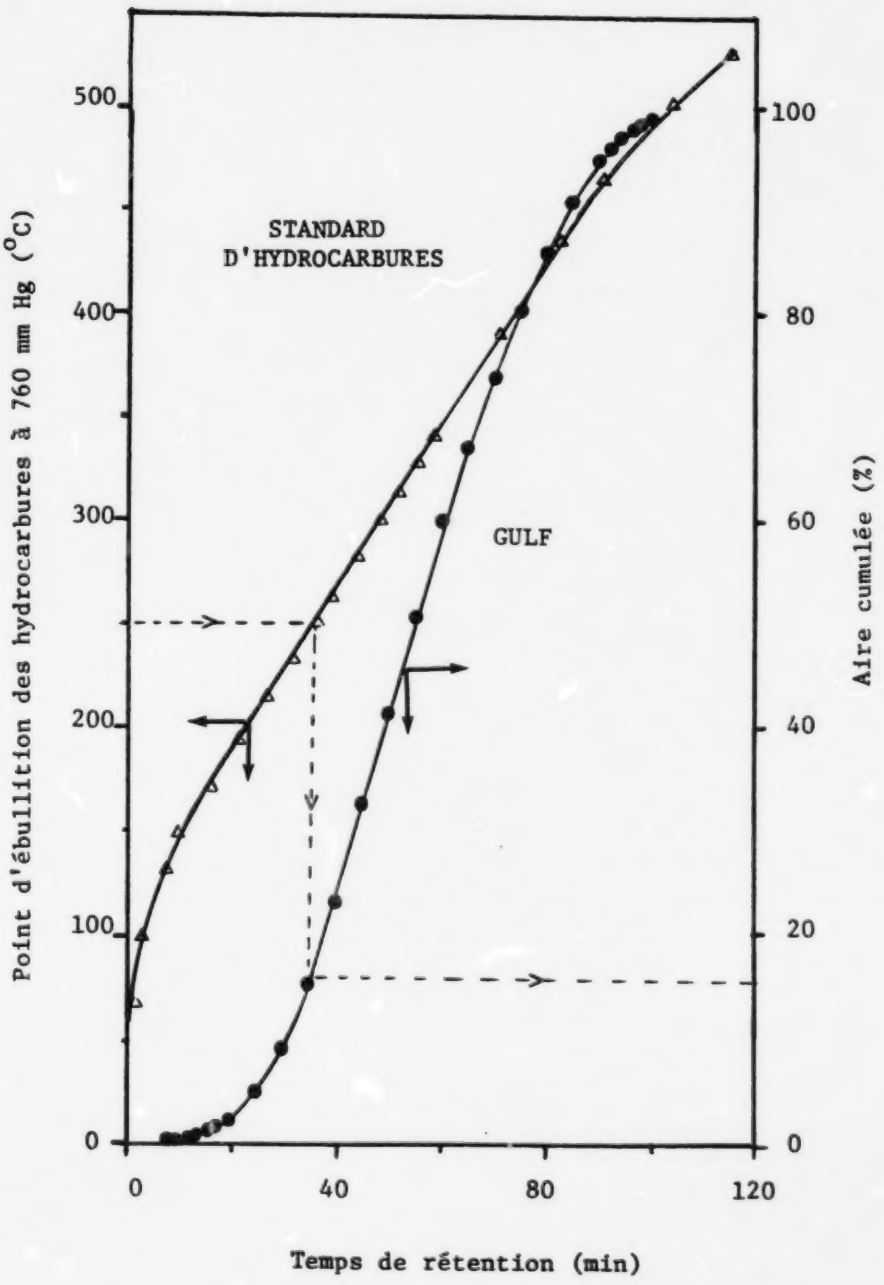



Figure 2.5 - Distillation simulée de l'huile pyrolytique de l'échantillon Gulf.

Analyses effectuées par Gulf Canada

Un échantillon de la fraction la plus abondante et la plus lourde des huiles produites à 537°C à partir des boues de Gulf a été remis à cette compagnie. Cette fraction représentait environ 65% de l'huile totale produite. Les tests standards effectués sur ces échantillons par Gulf ont été les suivants:

- Densité API
- Densité à 18°C
- Viscosité cinématique (Saybott) à 100°F
- Distillation simulée

Analyses effectuées par Pétro-Canada

Un échantillon des huiles produites à 407°C a été caractérisé par Pétro Canada pour les tests suivants:

- Densité API (ASTM D 1298)
- Densité spécifique
- Flash point (ASTM D 93)
- Eau et sédiments par centrifugation B.S. et W. (ASTM D 4007)
- Viscosité cinématique à 100°F
- Résidu de carbone sur 10% du résidu de distillation Ramsbottom Carbon Residue (ASTM D 524)
- Distillation (ASTM D 86)

*Résidus solides*

L'échantillon solide est broyé à 60 mesh avant analyse. Les analyses effectuées sont les suivantes:

| Analyse | Méthode |
|---|---|
| Cendres | ASTM D 482 |
| Valeur calorifique | ASTM D 240 |
| Analyse élémentaire CHN | Appareillage Perkin-Elmer 240 C |
| Carbonates | ASTM D 1756 |
| Soufre | ASTM D 129 |
| Analyse immédiate | Appareillage Leco MAC-400 |

*Produits gazeux*

Des échantillons de l'ensemble des gaz accumulés sont analysés par chromatographie gazeuse.

L'analyse automatisée mise au point dans nos laboratoires consiste à séparer les gaz $H_2$, $O_2$, $N_2$, $CH_4$, CO au moyen d'un tamis moléculaire (5 A) puis le $CO_2$ et les hydrocarbures $C_2$-$C_6$ avec une colonne Porapak Q. La détection des gaz est assurée par un détecteur à conductivité thermique.

2.4 Extraction au soxhlet des boues biologiques

Afin de connaître les quantités et certaines caractéristiques des huiles potentiellement récupérables des boues biologiques nous avons extrait ces dernières par le dichlorométhane. Ceci permet de comparer la nature des huiles alimentées au réacteur avec celles produites par pyrolyse. Cette technique représente également une alternative à la pyrolyse pour la récupération des huiles contenues dans les boues biologiques. La distillation directe a été écartée à cause de l'impossibilité d'alimenter les colonnes à distiller conventionnelles avec des mélanges solides/liquides contenant en plus des éléments contaminants.

L'échantillon est pesé dans un doigt de cellulose et placé dans le montage d'extraction soxhlet avec 150 ml de $CH_2Cl_2$. L'extraction qui doit être la plus complète possible se poursuit durant environ 60 heures jusqu'à ce que le solvant d'extraction devienne parfaitement incolore. Le résidu est alors séché à l'étuve, pesé et caractérisé. Le montage est lavé au $CH_2Cl_2$, la solution d'extraction est séchée sur du $Na_2SO_4$ anhydre, filtrée et pesée. A partir de trois échantillons de la même solution d'extraction, le $CH_2Cl_2$ et possiblement quelques fractions légères des huiles sont évaporées à pression réduite. Les huiles obtenues sont pesées et caractérisées.

## 3. RESULTATS

### 3.1 Bilan de masse et rendements

Les essais de décomposition thermique ont été effectués à divers paliers de température finale dans le cas des boues biologiques de Pétro-Canada. L'objectif était de déterminer la température optimale pour la production d'huiles pyrolytiques à partir des boues brutes. Les résultats, présentés aux Tableaux 3.1 et 3.2 ainsi qu'à la Figure 3.1, indiquent qu'une température voisine de 400°C est suffisante pour obtenir le rendement maximum d'huiles pyrolytiques suite aux réactions de pyrolyse.

Les essais de pyrolyse en fonction de la température ont été effectués à partir d'échantillons de boues biologiques Pétro-Canada préparés après décantation de la phase organique liquide (~6% du total). Un essai a également été effectué avec l'échantillon complet Pétro-Canada à une température de pyrolyse largement au-delà de la température optimale pour la production d'huiles pyrolytiques. La différence entre les rendements en huiles pyrolytiques obtenus à partir de l'échantillon complet à 520°C et ceux obtenus avec l'échantillon fractionné à la température optimale (407°C), est de même ordre de grandeur que la quantité prélevée (6%) d'huiles liquides (25.5% - 17.5% = 8%), tel que l'indique le Tableau 3.1. Un échantillon de Gulf Canada a également été traité pour fin de comparaison à une température de pyrolyse de 537°C.

Les bilans de masse pour l'ensemble de ces tests fermaient à >99.6%. Dans un cas le bilan a été de 99.1%. Les pertes étaient attribuées aux gaz pyrolytiques dans le calcul des ren-

TABLEAU 3.1 - RENDEMENTS SUITE AUX ESSAIS DE PYROLYSE SOUS VIDE DES BOUES BIOLOGIQUES A DIFFERENTES TEMPERATURES
Base: échantillon tel que reçu, % p/p

| ECHANTILLON | TEMPERATURE DE PYROLYSE (°C) | HUILE PYROLYTIQUE | EAU TOTALE | SOLIDE RESIDUEL | GAZ |
|---|---|---|---|---|---|
| Pétro-Canada | 108 | 7.2 | 14.2 | 78.2 | 0.4 |
| Pétro-Canada | 198 | 14.4 | 14.2 | 71.2 | 0.2 |
| Pétro-Canada | 316 | 16.2 | 14.9 | 68.7 | 0.2 |
| Pétro-Canada | 407 | 17.5 | 17.2 | 64.6 | 0.7 |
| Pétro-Canada | 497 | 17.9 | 17.3 | 63.8 | 1.0 |
| Pétro-Canada* | 520 | 25.5 | 21.2 | 51.6 | 1.7 |
| Gulf Canada | 537 | 30.9 | 65.8 | 2.6 | 0.7 |

*La fraction de départ contient la portion de 6% d'huiles (Pétro-Canada total)

TABLEAU 3.2 - RENDEMENTS SUITE AUX ESSAIS DE PYROLYSE SOUS VIDE DES BOUES BIOLOGIQUES A DIFFERENTES TEMPERATURES
Base: échantillon anhydre et sans cendres, % p/p

| ECHANTILLON | TEMPERATURE DE PYROLYSE (°C) | HUILE PYROLYTIQUE | EAU TOTALE | SOLIDE RESIDUEL | GAZ |
|---|---|---|---|---|---|
| Pétro-Canada | 108 | 18.8 | 0.0 | 80.2 | 1.0 |
| Pétro-Canada | 198 | 41.7 | 0.0 | 57.7 | 0.5 |
| Pétro-Canada | 316 | 45.6 | 1.9 | 51.8 | 0.7 |
| Pétro-Canada | 407 | 49.3 | 5.7 | 43.0 | 2.0 |
| Pétro-Canada | 497 | 50.8 | 6.0 | 40.4 | 2.8 |
| Pétro-Canada* | 520 | 56.3 | 14.1 | 25.9 | 3.7 |
| Gulf Canada | 537 | 86.1 | 9.1 | 2.8 | 2.0 |

*La fraction de départ contient la portion de 6% d'huiles (Pétro-Canada total)

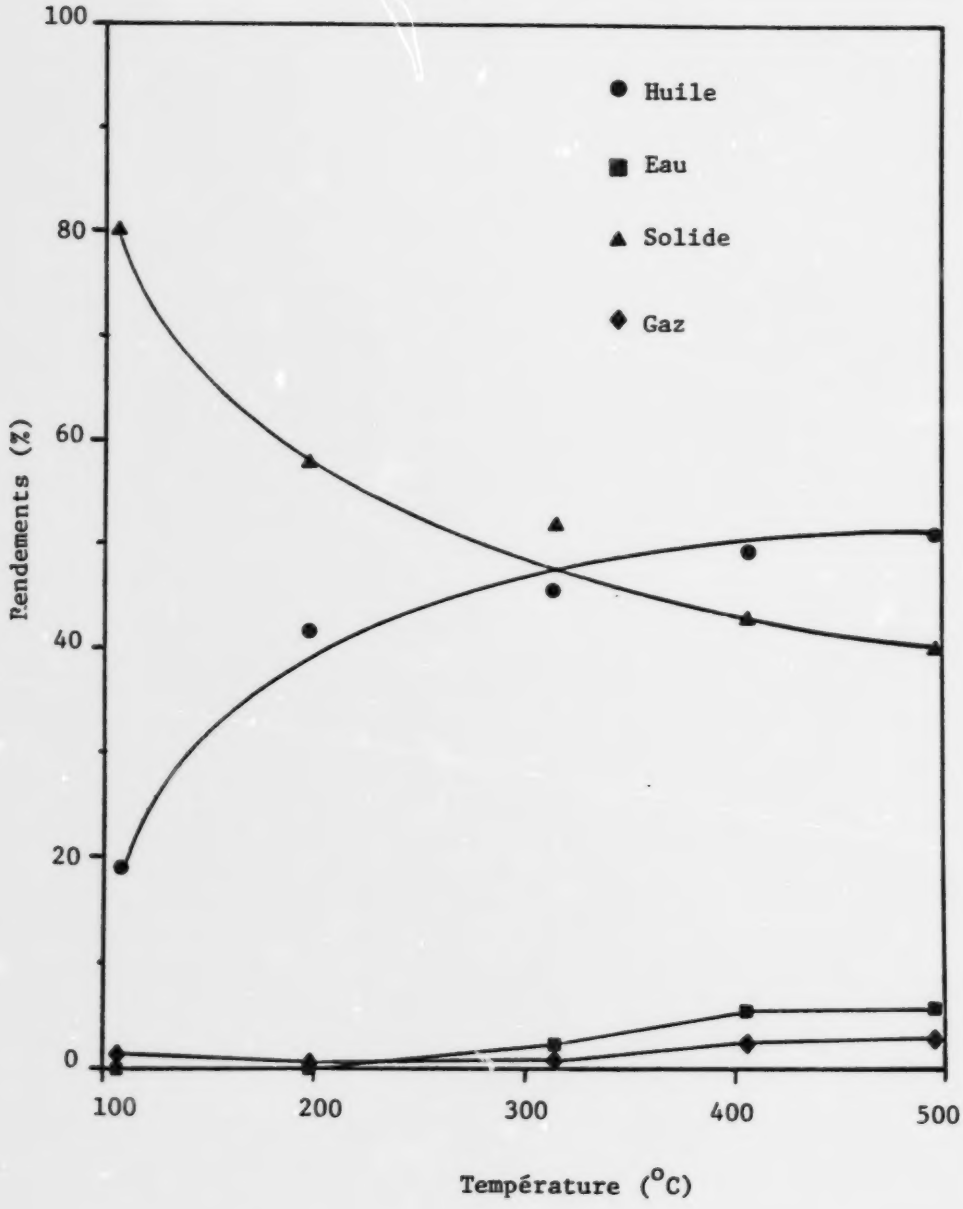



Figure 3.1 - Influence de la température de pyrolyse sur les rendements en produits pyrolytiques.
Base: boues biologiques Pétro-Canada anhydres et sans cendres.

dements.

Les rendements obtenus sont présentés au Tableau 3.1 sur une base de l'échantillon brut tel que reçu ou tel que préparé. Les rendements sont aussi présentés sur une base organique de l'échantillon de départ au Tableau 3.2.

## 3.2 Caractérisation des produits

*Huiles*

L'analyse élémentaire complète (CHNOS) des différents échantillons d'huiles pyrolytiques obtenues ainsi que leur valeur calorifique et leur teneur en eau sont présentées au Tableau 3.3 ci-dessous. Une analyse des métaux susceptibles d'empoisonner les unités catalytiques d'une raffinerie de pétrole a été effectuée pour un échantillon représentatif des huiles pyrolytiques Pétro-Canada; les résultats sont rassemblés au Tableau 3.4. Le Tableau 3.5 regroupe les résultats des différentes analyses effectuées par les pétrolières sur les huiles pyrolytiques produites à partir de leurs échantillons de boues biologiques respectifs. Enfin, les Figures 3.2 et 3.3 représentent les chromatogrammes des différents échantillons d'huiles pyrolytiques suite à leur injection dans un chromatographe en phase gazeuse.

*Phase aqueuse*

L'eau présente dans les produits liquides de la pyrolyse des boues biologiques provient principalement de l'humidité initiale présente dans les boues brutes. Le Tableau 3.2 indique en effet que très peu d'eau de réaction est formée suite aux réactions pyrolytiques. Afin de rendre compte correctement des rendements en huiles, il est important toutefois de bien doser l'eau présente dans le réactif initial et dans les pro-

TABLEAU 3.3 - ANALYSE DES HUILES PYROLYTIQUES PRODUITES A DIFFERENTES TEMPERATURES

| ECHANTILLON | T (°C) | ANALYSE ELEMENTAIRE | | | | | HUMIDITE (% p/p) | VALEUR CALORIFIQUE ($kcal\ kg^{-1}$) |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | C | H | N | S | O | | |
| Pétro-Canada | 108 | 85.8 | 13.2 | 0.7 | 0.3 | 0.0 | 0.0 | 11,190 |
| Pétro-Canada | 198 | 85.9 | 13.1 | 0.4 | 0.6 | 0.0 | 0.1 | 11,060 |
| Pétro-Canada | 316 | 85.5 | 13.0 | 0.9 | 0.6 | 0.0 | 0.3 | 11,020 |
| Pétro-Canada | 407 | 86.3 | 12.9 | 0.2 | 0.6 | 0.0 | 0.1 | 10,800 |
| Pétro-Canada | 497 | 85.7 | 12.8 | 0.9 | 0.6 | 0.0 | 0.1 | 10,850 |
| Pétro-Canada* | 520 | n.d. | n.d. | n.d. | n.d. | n.d. | 0.1 | n.d. |
| Gulf Canada | 537 | 85.6 | 12.2 | 0.4 | 1.4 | 0.4 | 0.7 | 10,710 |

*La fraction de départ contient la portion de 6% d'huiles (Pétro-Canada total)

n.d.: non déterminé

TABLEAU 3.4 - METAUX IDENTIFIES DANS LES HUILES PYROLYTIQUES PETRO-CANADA PRODUITES A 407°C

| | Concentration (ppm) |
|---|---|
| Vanadium | < 3 |
| Nickel | 0.3 |
| Sodium | 330 |
| Cuivre | 0.8 |
| Fer | 6.8 |

TABLEAU 3.5 - CARACTERISATION DES HUILES PYROLYTIQUES PAR LES PETROLIERES

| | GULF CANADA | PETRO-CANADA |
|---|---|---|
| Densité API | 23.4 °API | 29.0 °API |
| Densité spécifique | 0.9130 | 0.8816 |
| Point d'éclair | --- | 81°C |
| Soufre | --- | 6.90% |
| Eau et sédiments B.S. & W. | --- | 0.20% |
| Viscosité Cinématique Saybolt à 100°F | 76 s | --- |
| Viscosité Cinématique à 100°F | --- | 7.16 cSt |
| Résidu de carbone sur les 10% du résidu de distillation | --- | 0.13% |
| Distillation | simulée par G.C. | ASTM D 86 |
| Point d'ébullition initial | 239°C | 252°C |
| Récupération, 10% | 286°C | 271°C |
| Récupération, 50% | 384°C | 312°C |
| Récupération, 90% | --- | 397°C |
| Point d'ébullition final, (% de résidu) | 544°C, (84%) | 404°C, (93%) |

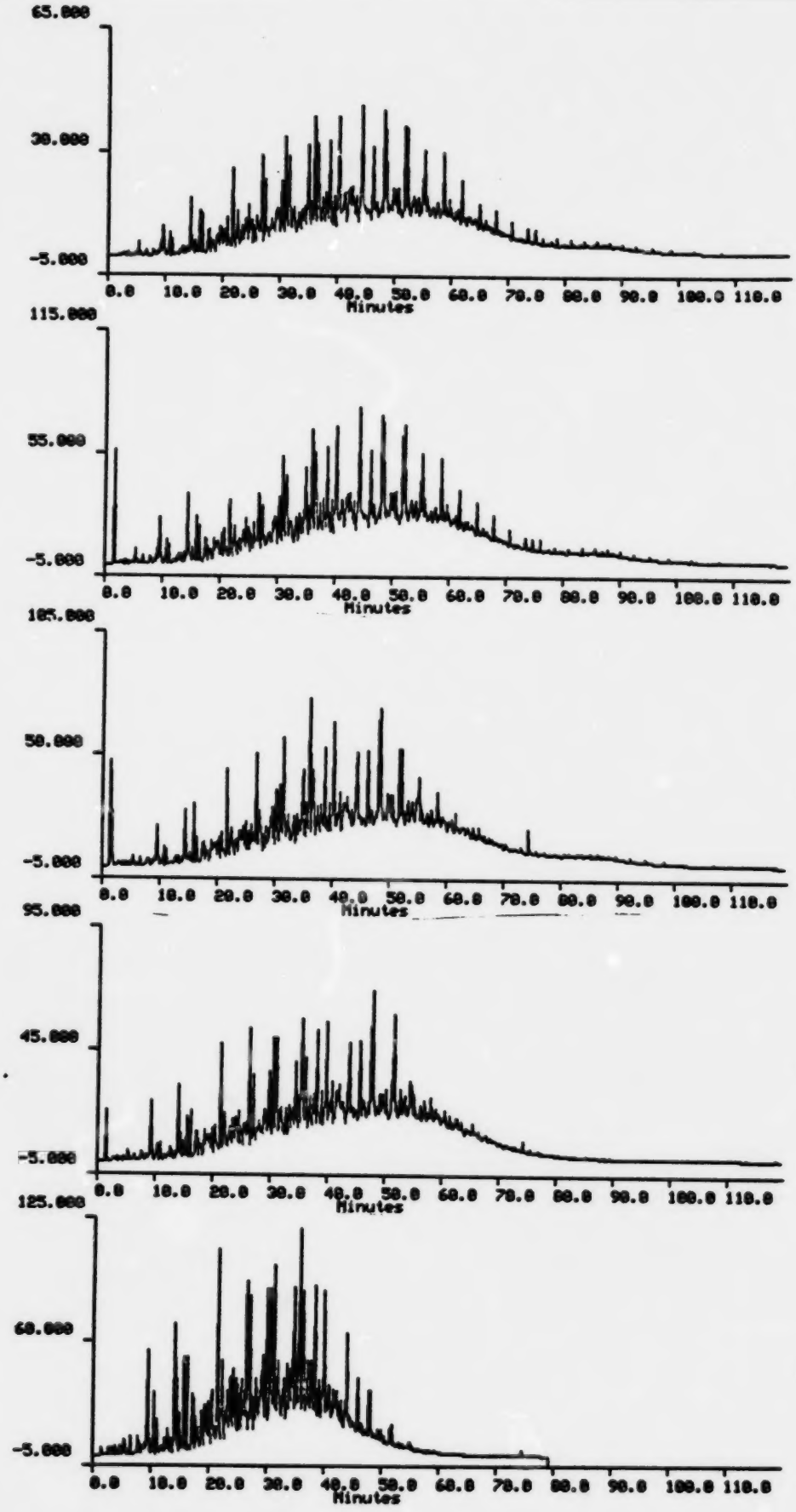



Figure 3.2 - Analyse chromatographique des huiles Pétro-Canada produites à différentes température.

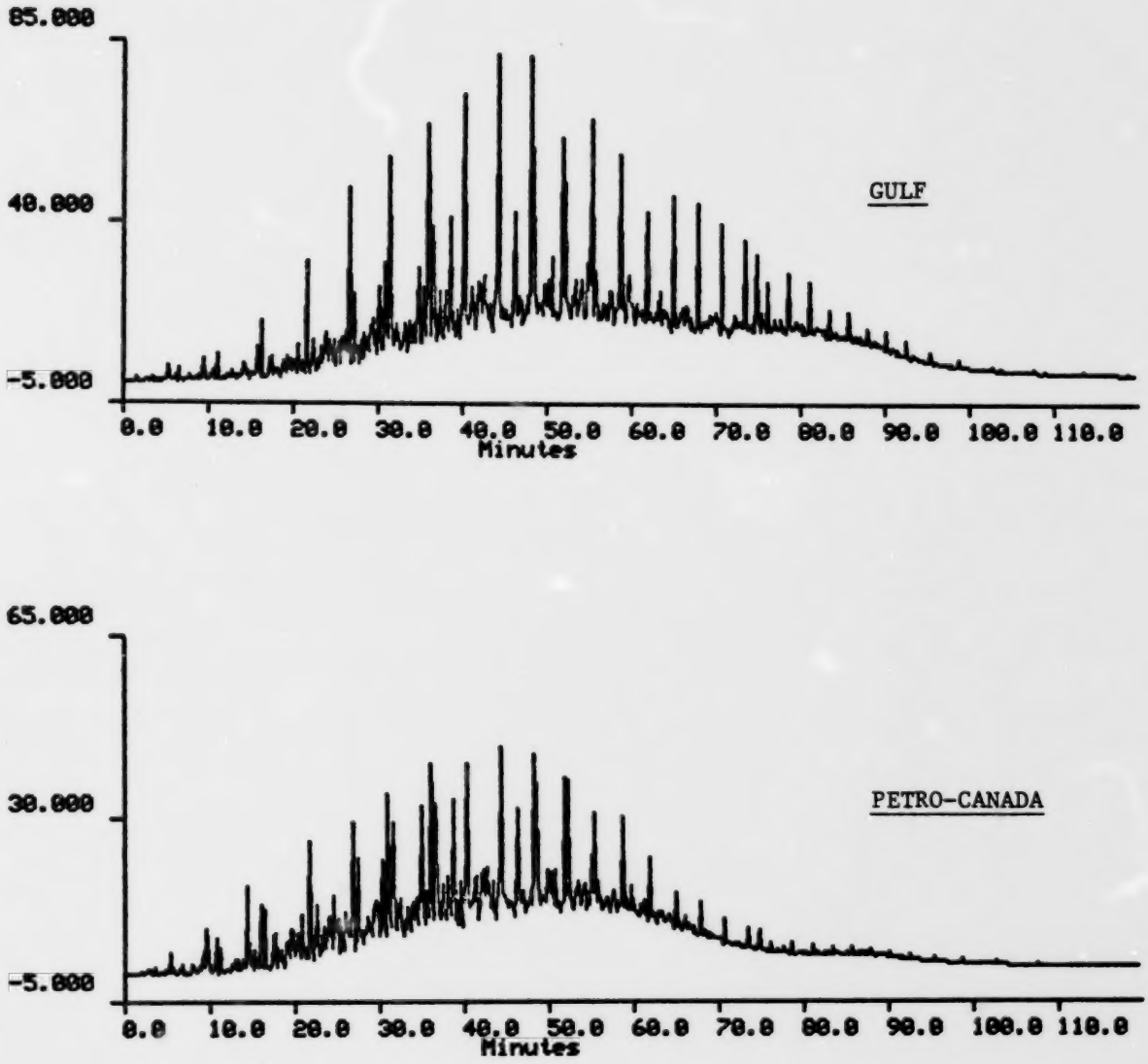



Figure 3.3 - Analyses chromatographiques des huiles Gulf et Pétro-Canada produites à température de pyrogénation élevée.

duits finaux.

C'est ainsi que nous avons comparé trois méthodes différentes de dosage de l'eau dans les produits sous forme liquide. La première méthode tire profit du fait que l'eau et l'huile pyrolytique se présentent sous deux phases non miscibles. Il s'agit alors de décanter et peser minutieusement la phase aqueuse recueillie. La seconde méthode consistait à mélanger au prorata des quantités produites, les fractions organiques et aqueuses puis à distiller selon la méthode Dean and Stark (ASTM D 95) le mélange obtenu. La dernière visait à titrer au moyen du réactif Karl-Fischer chacune des fractions liquides obtenues dans les ballons de récupération. Au Tableau 3.6 on constate que les résultats de dosage de l'eau sont assez semblables pour les trois méthodes.

Pour les calculs établissant les rendements nous avons utilisé les valeurs pondérales de l'eau obtenue par titrage au réactif Karl-Fischer.

*Résidus solides*

La caractérisation physicochimique du résidu solide demeurant dans le réacteur est beaucoup plus facile que celle du réactif. Le résidu est sec et non huileux. Il ne forme pas d'agglomérat comme pour le réactif. Il est donc plus homogène et un échantillon broyé et tamisé à 60 mesh fournit des résultats d'analyses reproductibles. Ainsi la détermination des cendres sur 5 échantillons identiques du réactif PétroCanada donnait un écart-type de 2% autour de la moyenne alors qu'à partir de 4 échantillons identiques du résidu solide on obtenait 0.3% d'écart-type.

TABLEAU 3.6 - DETERMINATION DE L'EAU PRESENTE DANS LES PRODUITS LIQUIDES (% p/p)

| ECHANTILLON | T (°C) | METHODE DE DETERMINATION | | |
|---|---|---|---|---|
| | | DECANTATION PHYSIQUE | DISTILLATION DEAN STARK | TITRAGE KARL FISCHER |
| Pétro-Canada | 108 | 67.9 | 66.0 | 66.1 |
| Pétro-Canada | 198 | 50.8 | 49.4 | 49.8 |
| Pétro-Canada | 316 | 49.7 | 48.2 | 48.7 |
| Pétro-Canada | 407 | 50.9 | 50.5 | 50.0 |
| Pétro-Canada | 497 | 50.5 | 50.0 | 50.0 |
| Pétro-Canada* | 520 | 47.4 | 46.7 | 47.3 |
| Gulf Canada | 537 | 71.0 | 67.5 | 70.5 |

*La fraction de départ contient la portion de 6% d'huiles (Pétro-Canada total)

Les résultats de caractérisation des résidus solides sont présentés au Tableau 3.7 du rapport.

*Gaz incondensables*

Le Tableau 3.8 regroupe les résultats d'analyse chromatographique des gaz pyrolytiques produits à partir de divers échantillons de boues biologiques. Le peu de gaz produit à une température de pyrogénation inférieure à 400°C rend à peu près impratiquable l'analyse par G.C.

## 3.3 Extraction au soxhlet des boues brutes et des résidus solides

Deux essais différents d'extraction au dichlorométhane des boues biologiques ont été effectués dans nos laboratoires pour fin de comparaison avec les résultats de pyrolyse sous vide. Le premier essai a été effectué sur un échantillon de boues Pétro-Canada après décantation de la phase huileuse initiale. Le second a été mené à partir du résidu solide obtenu après pyrolyse de ces mêmes boues biologiques à 108°C. Les Figures 3.4 et 3.5 du rapport permettent une comparaison frappante des résultats de pyrolyse avec ceux de l'extraction.

TABLEAU 3.7 - ANALYSE DES RESIDUS SOLIDES (% p/p)

| ECHANTILLON | T (°C) | HUMIDITE | CENDRES | MATIERES VOLATILES | C TOTAL | H | S | C MINERAL | VALEUR CALORIFIQUE ($kcal\ kg^{-1}$) |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Pétro-Canada | 108 | 0.8 | 60.6 | 39.4 | 23.49 | 0.36 | .92 | n.d. | 2070 |
| Pétro-Canada | 198 | 0.4 | 72.0 | 28.0 | n.d. | n.d. | .59 | 5.32 | 830 |
| Pétro-Canada | 316 | 0.6 | 73.2 | 26.8 | 11.46 | 0.59 | .76 | 5.86 | 590 |
| Pétro-Canada | 407 | 0.4 | 76.5 | 23.5 | 9.84 | 0.41 | .85 | 5.30 | 460 |
| Pétro-Canada | 497 | 0.4 | 77.8 | 22.2 | 10.39 | 0.25 | .88 | 5.09 | 430 |
| Pétro-Canada* | 520 | 0.4 | 77.2 | 22.8 | n.d. | n.d. | n.d. | 5.53 | 360 |
| Gulf Canada | 537 | 1.3 | 61.8 | 11.9 | 34.56 | 1.07 | 4.87 | .98 | 3440 |

*La fraction de départ contient la portion de 6% d'huiles (Pétro-Canada total)

n.d.: non déterminé

TABLEAU 3.8 - ANALYSE DES GAZ INCONDENSABLES
Base: % p/p sur le mélange gazeux

| | Pétro-Canada 407°C | Pétro-Canada 497°C | Pétro-Canada* 520°C | Gulf Canada 537°C |
|---|---|---|---|---|
| $H_2$ | 6.8 | 7.4 | 7.1 | 8.7 |
| CO | 5.3 | 5.8 | 6.7 | 6.9 |
| $CO_2$ | 66.2 | 60.6 | 58.8 | 35.9 |
| $CH_4$ | 3.1 | 6.1 | 5.4 | 12.5 |
| $C_2H_4$ | 1.8 | 2.0 | 1.8 | 5.4 |
| $C_2H_6$ | 1.8 | 2.7 | 1.9 | 4.9 |
| $C_3H_6$ | 2.9 | 3.2 | 2.3 | 6.0 |
| $C_3H_8$ | 1.2 | 1.4 | 1.1 | 2.5 |
| $C_4H_8$ | 5.7 | 4.7 | 4.8 | 3.5 |
| $C_4H_{10}$ | 1.2 | 1.3 | 1.3 | 2.9 |
| Autres | 4.0 | 4.8 | 8.8 | 10.8 |
| Pouvoir calorifique supérieur ($kcal\ kg^{-1}$) | 5050 | 5860 | 5850 | 9020 |
| Poids moléculaire moyen | 17.6 | 16.3 | 17.0 | 14.3 |

*La fraction de départ contient la portion de 6% d'huiles (Pétro-Canada total)

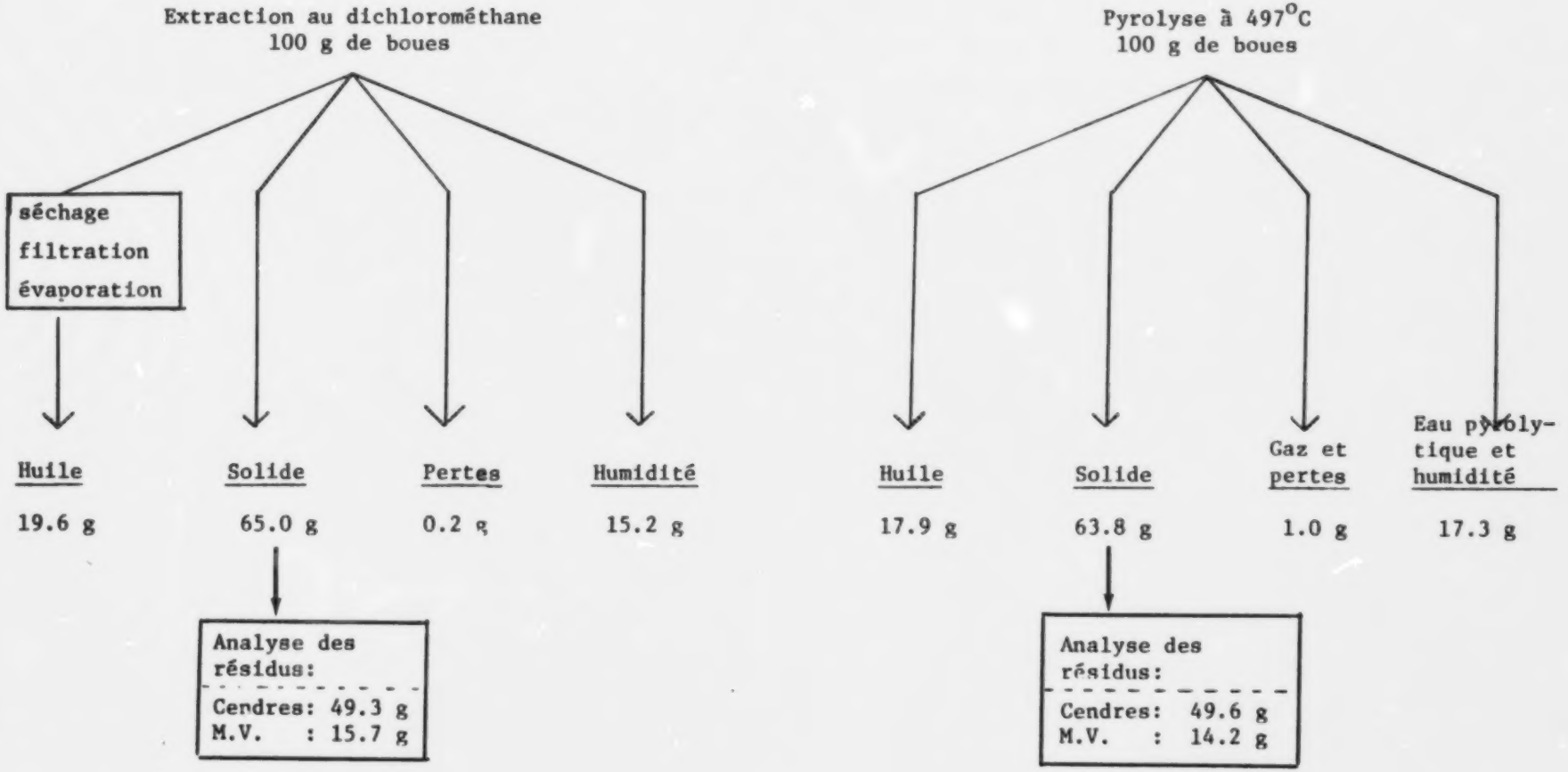
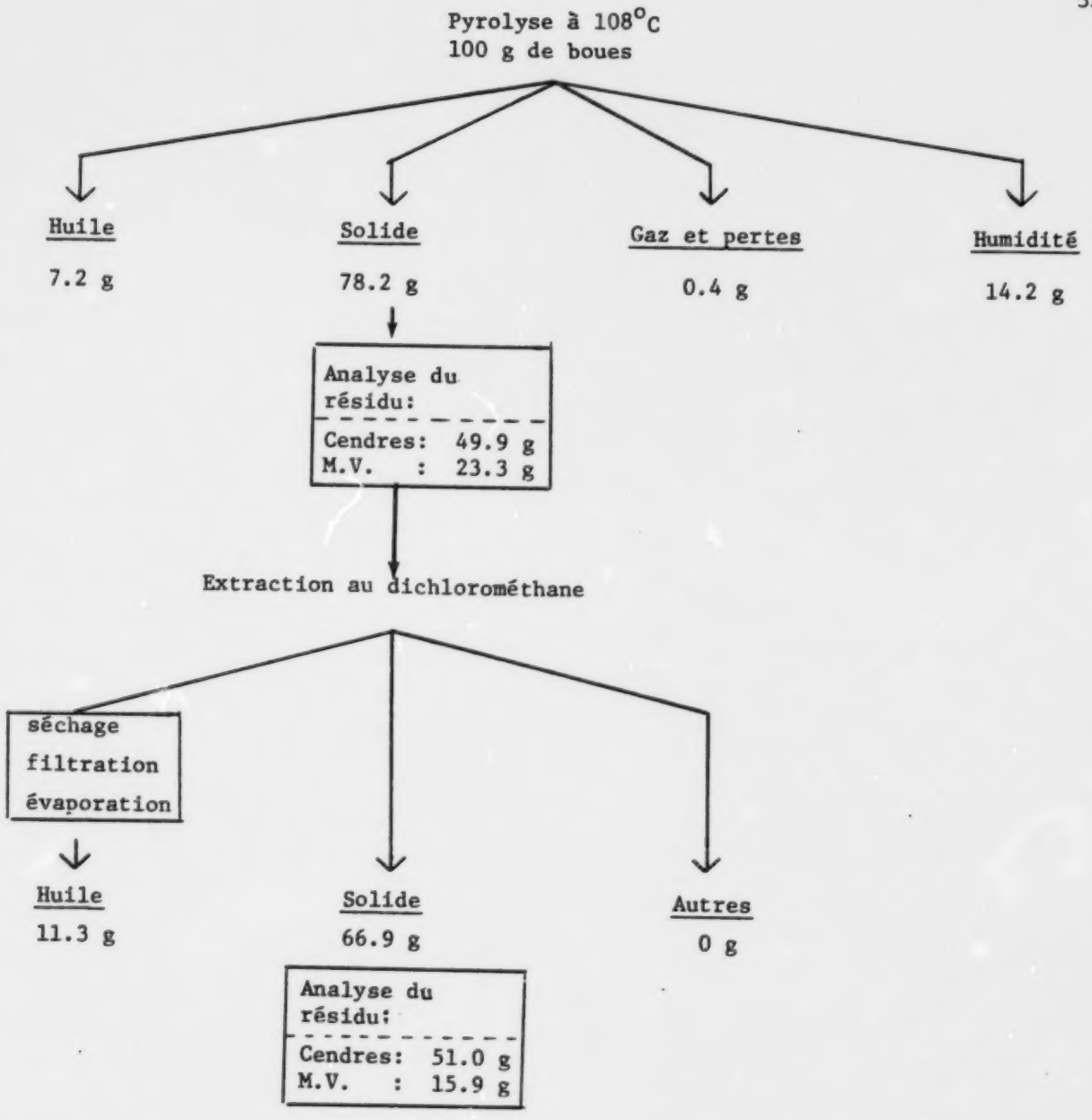



Figure 3.4 - Extraction au dichlorométhane des boues biologiques Pétro-Canada et comparaison avec les rendements obtenus par pyrolyse à 497°C.




Conversion globale

| Huile | Solide | Gaz et pertes | Humidité |
|---|---|---|---|
| 18.5 g | 66.9 g | 0.4 g | 14.2 g |

Figure 3.5 - Pyrolyse des boues biologiques Pétro-Canada à 108°C et extraction au dichlorométhane du résidu solide obtenu.

## 4. DISCUSSION

### 4.1 Valorisation des boues biologiques par pyrolyse sous vide

Des rendements très différents sont obtenus en produits pyrolytiques tel qu'indiqué aux Tableaux 3.1 et 3.2 à partir des boues biologiques Pétro-Canada et Gulf. Dans le cas des boues Pétro-Canada, la conversion sur la base de l'échantillon tel que reçu atteint 36% à température élevée. Les huiles pyrolytiques comptent pour environ la moitié des produits obtenus, en incluant l'eau et les cendres initiales dans le stock de départ. Sur la même base la conversion des boues Gulf atteint 97%. Les huiles comptent alors pour le tiers des produits obtenus. Dans les deux cas, les réactions génèrent peu d'eau et de gaz pyrolytiques (voir Tableau 3.1).

Ces résultats très différents sont le reflet de la nature également différente des échantillons de boues biologiques (Tableau 2.1). Les boues Pétro-Canada comprennent au départ environ 50% de cendres et 15% d'eau; celles de Gulf sont composées de 63% d'eau et de 3% de cendres. Si par conséquent ces boues biologiques contiennent une proportion équivalente de matières organiques (~35%), elles n'en résultent pas toutefois en une distribution pondérale équivalente des produits pyrolytiques tel que l'indique le Tableau 3.2 où les rendements sont exprimés sur la base des boues biologiques de départ sans humidité et sans cendres.

Le Tableau 3.2 indique que les boues Pétro-Canada se transforment en 50% d'huiles avec un résidu solide de l'ordre de 40%, suite aux réactions de pyrolyse. Les boues Gulf par ailleurs sont converties, sur une base organique, en 86% d'huiles.

On a porté à la Figure 3.1 les rendements des produits pyrolytiques en fonction de la température pour les boues Pétro-Canada. Tel que mentionné précédemment la température optimale pour l'obtention des huiles pyrolytiques se situe à 400°C.

## 4.2 Analyse chimique des produits pyrolytiques

*Huiles pyrolytiques*

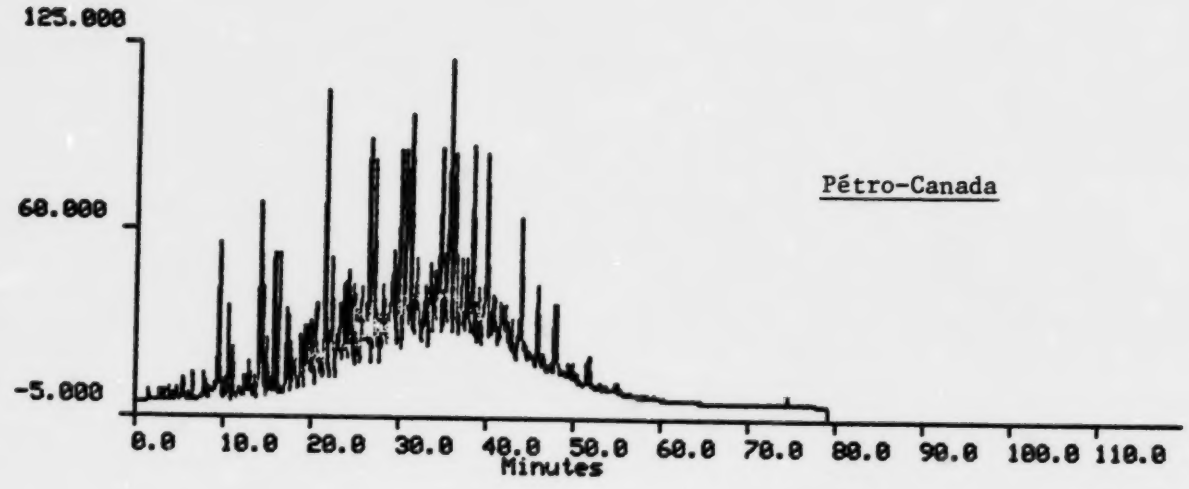
Le Tableau 3.3 présente des données de caractérisation physicochimique des divers échantillons d'huiles pyrolytiques produites. On observe que l'analyse élémentaire de ces huiles varie peu en fonction de leur température de production ou en fonction de leur origine (genre de boues biologiques). Cette analyse révèle également que les huiles pyrolytiques s'apparentent aux bruts pétroliers. Toutes les huiles sont riches en C et H, avec un contenu global en N, S et O inférieur à 2%. On note toutefois une proportion plus élevée de S dans les huiles Gulf. La teneur en humidité des huiles pyrolytiques est négligeable et elles possèdent une valeur calorifique élevée, laquelle décroît légèrement avec une élévation de la température de pyrolyse.

L'analyse par chromatographie gazeuse permet de comparer qualitativement les huiles pyrolytiques entre elles. Ainsi la Figure 3.3 montre côte-à-côte les deux chromatogrammes pour les huiles Gulf et Pétro-Canada obtenues à une température de dé-

composition thermique semblable. On reconnaît le pattern de l'évolution des paraffines. En superposant à la Figure 3.3 le chromatogramme standard des hydrocarbures normaux (voir Figure 2.2), on peut facilement identifier les pics $C_9$ à $C_{20}$. Dans le cas des huiles Pétro-Canada, les pics de type paraffiniques sont légèrement moins intenses que ceux de Gulf. Dans ce cas également on constate que moins de produits gazeux émanent de la colonne après un temps de rétention de 70 min.

La Figure 3.2 est intéressante en ce sens qu'elle permet de suivre l'effet de la température de pyrolyse sur la nature des huiles pyrolytiques Pétro-Canada. On constate à la Figure 3.2 que les mêmes pics se retrouvent sur les chromatogrammes obtenus à diverses températures sauf pour les pics générés après 50 minutes aux basses températures. Cette observation suggère par conséquent que les huiles produites à plus basse température sont plus légères. Egalement, l'intensité des pics associés aux composés légers est plus importante aux plus basses températures. La Figure 4.1 ci-dessous montrant le chromatogramme de l'huile pyrolytique Pétro-Canada produite à 108°C et celui de l'huile diesel commerciale permet d'observer que ces deux produits sont composés d'éléments dont les points d'ébullition sont semblables.

Dans le but de quantifier les observations précédentes, on a représenté sur graphique la distribution massique des points d'ébullition pour l'ensemble de chacun des échantillons d'huiles pyrolytiques obtenus. Un exemple de cette représentation est celui de la Figure 2.5 du rapport. On a mesuré à partir des chromatogrammes l'aire cumulée sous les pics correspondant



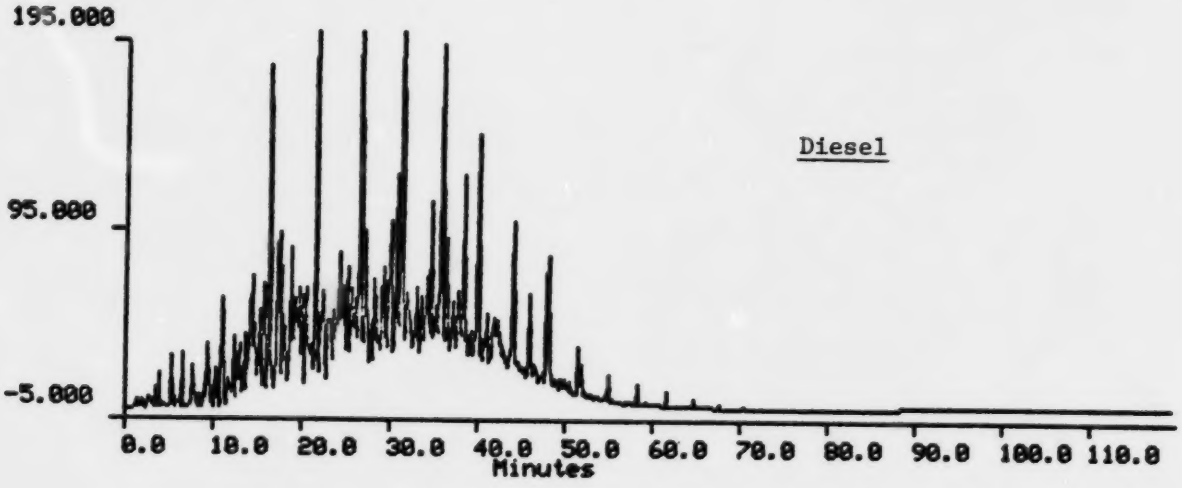




Figure 4.1 - Analyse chromatographique comparée de l'huile pyrolytique Pétro-Canada produite à 108°C et du carburant diesel commercial.

aux zones reconnues pour les fractions pétrolières comme le naphte, l'huile légère, l'huile lourde et le brai.

Ces bornes sont en fonction de la température de distillation à pression atmosphérique et sont d'après la définition U.O.P.:

Naphte : <204°C
Huile légère: 204-343°C
Huile lourde: 343-404°C
Brai : >404°C

Puisque le détecteur à ionisation à flamme répond proportionnellement à la masse de matière détectée, on relie l'aire cumulée au % massique relatif aux diverses fractions pétrolières ainsi définies. Les résultats obtenus sont présentés au Tableau 4.1 et à la Figure 4.2 du rapport. Ces résultats confirment l'interprétation qualitative précédente à savoir qu'aux basses températures de pyrolyse l'huile pyrolytique possède une plus grande proportion de fractions plus légères. Le Tableau 4.1 révèle également que l'huile pyrolytique Gulf est plus lourde que l'huile pyrolytique Pétro-Canada, puisqu'environ 40% distille au-dessus de 340°C comparé à 25% pour l'autre. La Figure 4.2 révèle par ailleurs que la qualité des huiles pyrolytiques change peu à partir de 300°C.

D'après les analyses de laboratoire effectuées par Pétro-Canada, il semblerait que les huiles pyrolytiques puissent être recyclées dans le processus de raffinage de l'usine (voir Annexe 1). Le Tableau 3.4 révèle que pour ces huiles la teneur en métaux susceptibles d'empoisonner les catalyseurs industriels est généralement inférieure à la limite recommandée par les manufacturiers.

TABLEAU 4.1 - DISTILLATION SIMULEE DES HUILES OBTENUES PAR PYROLYSE DE BOUES BIOLOGIQUES A DIFFERENTES TEMPERATURES (% p/p)

| ECHANTILLON | T ($^{o}$C) | NAPHTE | HUILE LEGERE | HUILE LOURDE | BRAI |
|---|---|---|---|---|---|
| Pétro-Canada | 108 | 20 | 78 | 2 | 0 |
| Pétro-Canada | 198 | 11 | 70 | 15 | 4 |
| Pétro-Canada | 316 | 10 | 65 | 15 | 10 |
| Pétro-Canada | 407 | 9 | 64 | 17 | 10 |
| Pétro-Canada | 497 | 9 | 65 | 16 | 10 |
| Pétro-Canada* | 520 | 9 | 66 | 16 | 9 |
| Gulf Canada | 537 | 4 | 54 | 21 | 21 |

*La fraction de départ contient la portion 6% d'huiles (Pétro-Canada total)

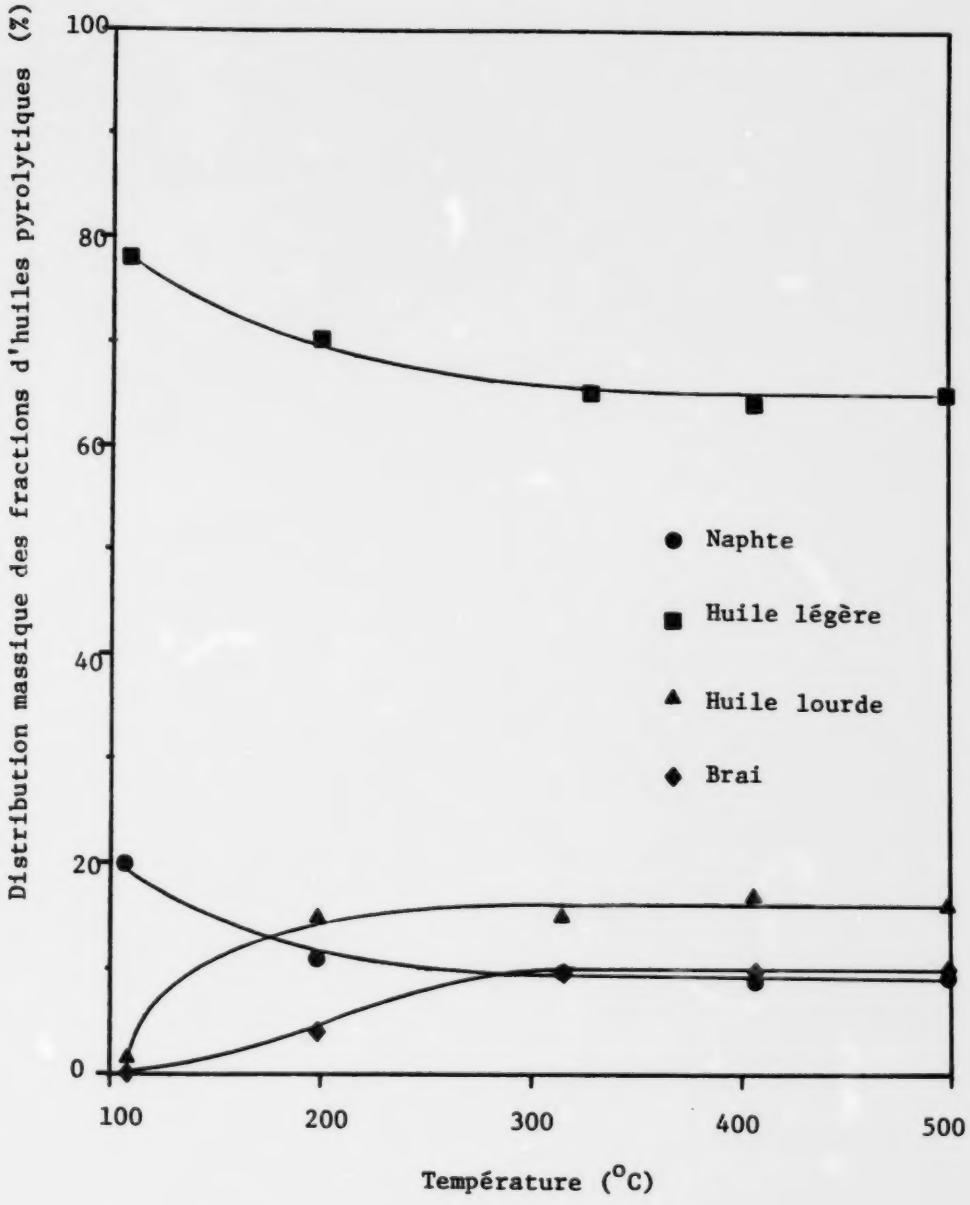



Figure 4.2 - Influence de la température de pyrolyse sur la qualité des huiles pyrolytiques dérivées des boues Pétro-Canada.

| ELEMENT | INTERVALLE DE CONCENTRATION TROUVE DANS LES BRUTS (ppm) |
|---|---|
| V | 5 - 1500 |
| Ni | 3 - 120 |
| Cu | 0.2 - 12 |
| Fe | 0.04 - 120 |

Source: James G. Speight, The Chemistry and Technology of Petroleum, Marcel Pekher Inc., New-York, 1980.

Nous n'avons pu toutefois trouver des éléments de comparaison pour le Na mais il semblerait que cet élément a peu d'effet inhibiteur réel sur les catalyseurs.

L'analyse des données du Tableau 3.5 révèle toutefois que les huiles pyrolytiques dérivées des boues biologiques ne répondent pas entièrement aux normes ASTM ni à celles de l'Office des normes générales du Canada pour les carburants et le mazout de chauffage (voir Annexes 2, 3, 4 et 5), la difficulté se situant au niveau des valeurs de densité, du point d'éclair et de la courbe de distillation pour ces huiles.

*Résidus solides*

Les résultats du Tableau 3.7 montrent que la différence entre les boues Gulf et Pétro-Canada se reflète également au niveau des résidus solides de la pyrolyse. Le résidu Gulf contient deux fois moins de matières volatiles que le résí-

du Pétro-Canada. La grande proportion de tous les résidus est constituée toutefois de matières inorganiques. A noter que la densité calorifique des résidus Gulf est à peu près dix fois plus élevée que celle des résidus Pétro-Canada.

L'analyse élémentaire révèle aussi des différences importantes entre les résidus obtenus par pyrolyse. Le résidu Gulf contient beaucoup plus de carbone et de soufre que son équivalent Pétro-Canada. De plus pour les échantillons Pétro-Canada une fraction importante du carbone total est constitué de carbone sous forme de carbonate. La composition élémentaire des résidus Pétro-Canada varie également de façon importante avec la température tel que l'indique le Tableau 3.7.

On a porté sous forme de graphiques la variation de l'analyse immédiate des résidus solides Pétro-Canada en fonction de la température (Figure 4.3) et celle de la valeur calorifique de ces derniers en fonction de la température de pyrolyse (Figure 4.4). On observe pour ces ensembles le même genre de variation avec la température vers un plateau à 400°C, comme observé précédemment pour les huiles pyrolytiques.

*Gaz incondensables*

Les gaz pyrolytiques représentent une faible portion des produits de la pyrolyse des boues biologiques. Le Tableau 3.8 montre que les gaz incondensables issus des boues Pétro-Canada sont majoritairement formés de $CO_2$ et d'hydrocarbures $C_1$ à $C_4$. Les gaz de pyrolyse produit à partir des boues de Gulf ont un contenu relativement moins important en $CO_2$ mais plus riche en hydrocarbures. La valeur calorifique de ces derniers est conséquemment plus élevée.

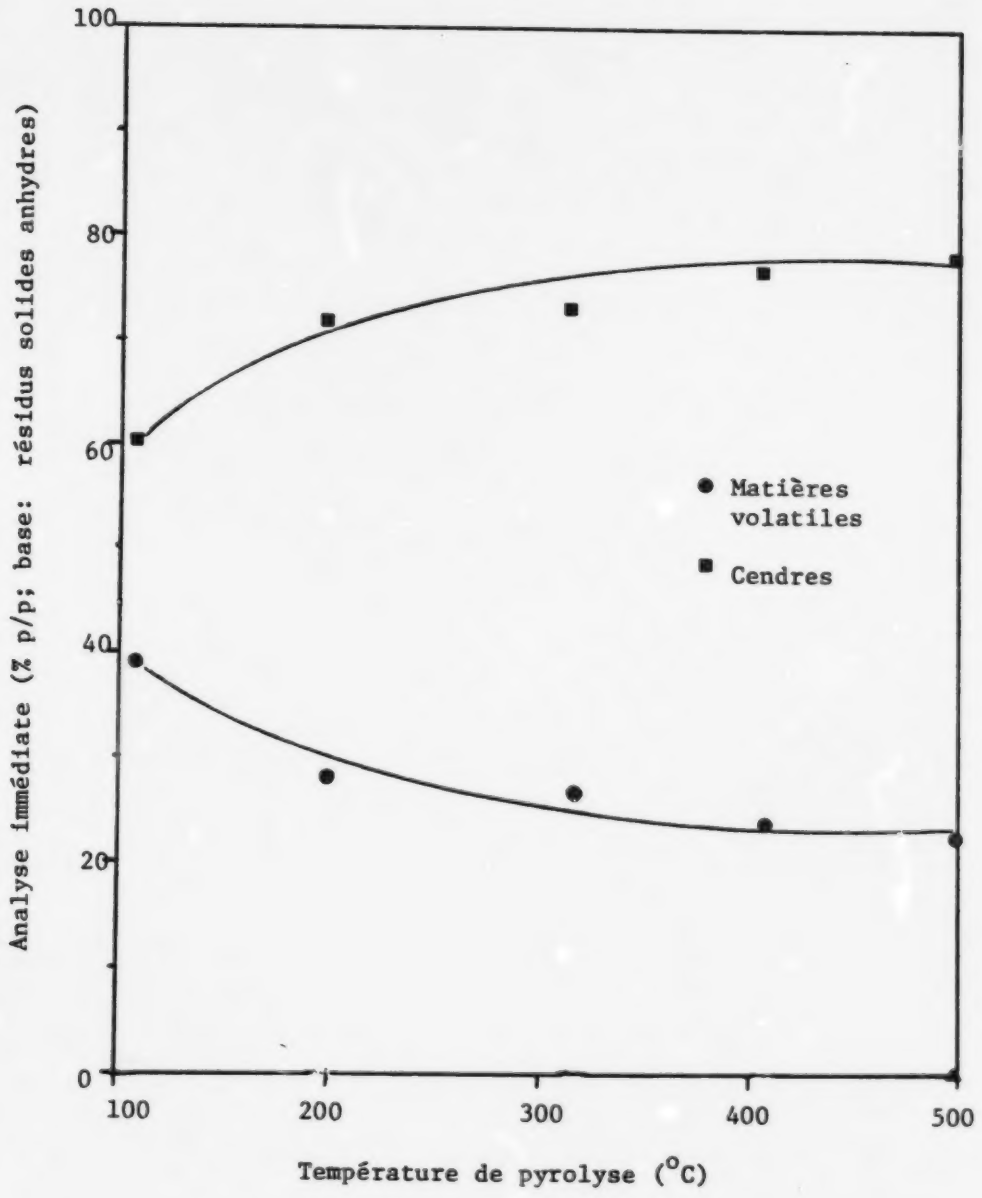



Figure 4.3 - Influence de la température de pyrogénation sur la qualité des résidus solides de la pyrolyse des boues Pétro-Canada.

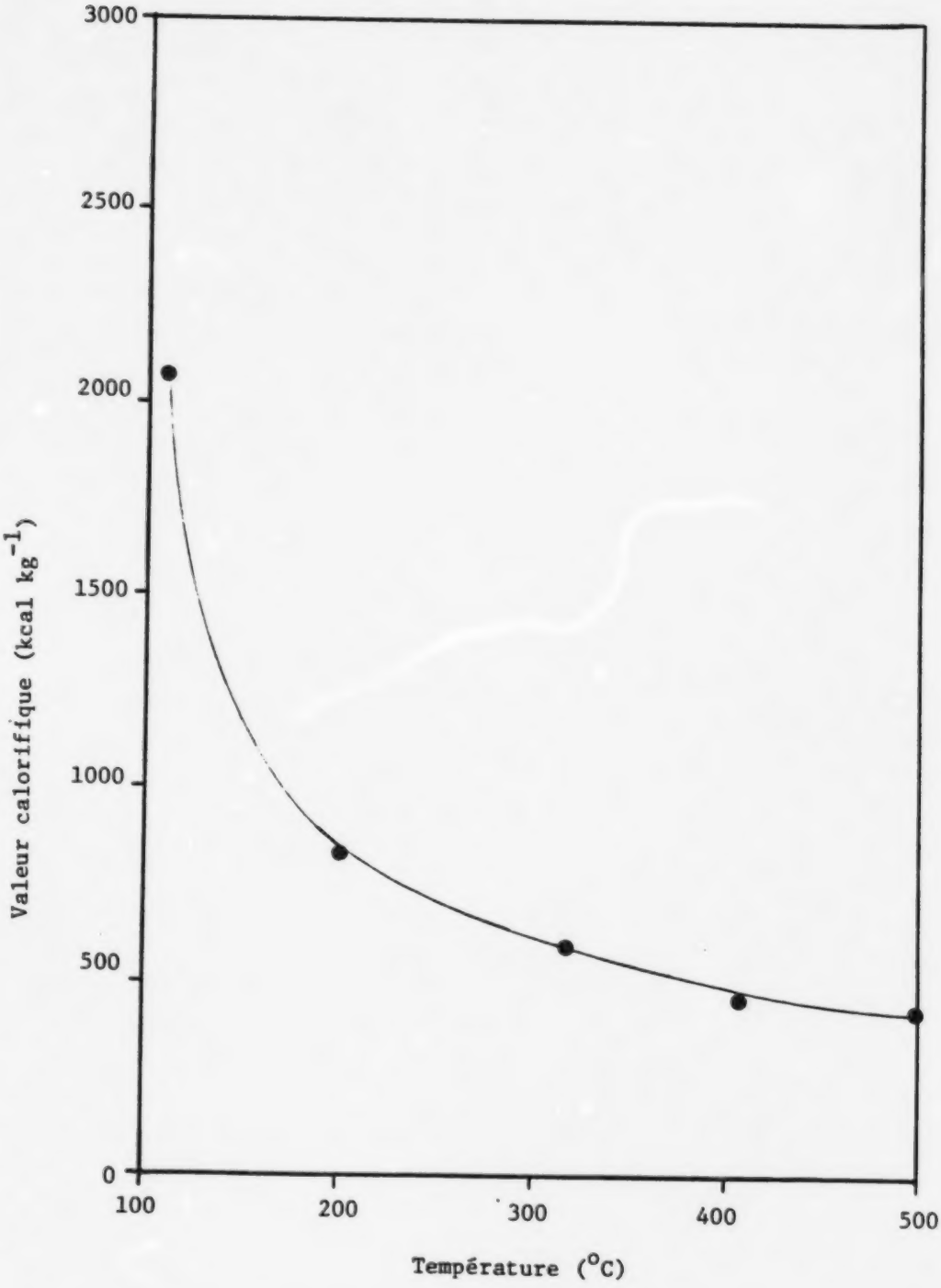



Figure 4.4 - Influence de la température de pyrolyse sur la valeur calorifique du résidu solide après pyrolyse des boues Pétro-Canada.
Base: résidus solides tels que produits.

*Bilan sur la valeur calorifique des réactifs et des produits*

Connaissant la valeur calorifique des réactifs et produits de la pyrolyse et au moyen également des rendements observés, il est possible d'établir un bilan sur le plan calorifique des réactifs et produits en présence. Ces calculs sont compilés au Tableau 4.2. Les bilans montrent très bien que la plus grande partie de la valeur calorifique des boues initiales est transférée dans les huiles pyrolytiques au fur et à mesure de l'élévation de la température de pyrolyse.

## 4.3 Extraction au soxhlet des boues biologiques

L'extraction au soxhlet est une technique de laboratoire efficace pour la solubilisation de composants chimiques. Le dichlorométhane par ailleurs est un puissant solvant des produits pétroliers. On peut donc considérer que l'extraction au soxhlet des boues biologiques avec le dichlorométhane permet de récupérer la grande majorité des hydrocarbures présents dans les boues.

La Figure 3.4 montre que l'extraction au dichlorométhane des boues biologiques Pétro-Canada permet d'obtenir 19.6% d'huiles. Par comparaison, à 497°C la pyrogénation des boues résulte en un rendement de 17.9% d'huiles et 63.8% de solides. Ces résultats tendent donc à montrer que la pyrolyse sous vide des boues biologiques permet de récupérer la quasi totalité des huiles disponibles.

Les résidus solides obtenus selon les deux procédures présentent une analyse immédiate semblable, tel que l'indique

TABLEAU 4.2 - CONTENU CALORIFIQUE DES PRODUITS DE LA PYROLYSE POUR 100 g DE BOUES BIOLOGIQUES ANHYDRE ET SANS CENDRES (kcal)

| ECHANTILLON | T (°C) | REACTIF | PRODUITS | | | BILAN (%) |
|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | HUILES | SOLIDES | GAZ | |
| Pétro-Canada | 108 | 630[a] | 210 | 426 | --- | 101 |
| Pétro-Canada | 198 | 630 | 461 | 172 | --- | 100 |
| Pétro-Canada | 316 | 630 | 503 | 115 | --- | 98 |
| Pétro-Canada | 407 | 630 | 532 | 85 | 10 | 100 |
| Pétro-Canada | 497 | 630 | 551 | 79 | 16 | 103 |
| Pétro-Canada* | 520 | 630 | 609 | 41 | 22 | 107 |
| Gulf Canada | 537 | 872 | 922 | 26 | 18 | 111 |

*La fraction de départ contient la portion 6% d'huiles. (Pétro-Canada total)

a: Valeur moyenne des essais à 108, 198, 316, 407°C.

la Figure 3.4. Par ailleurs, les huiles extraites par le dichlorométhane ont été comparées avec les huiles pyrolytiques obtenues à 497°C. La superposition des deux chromatogrammes à la Figure 4.5 indique le même pattern paraffinique, avec les pics majeurs identiques. La quantification de ces analyses en termes d'huiles légères et plus lourdes aboutit à la conclusion que les deux mélanges organiques sont très semblables (Tableau 4.3).

A la Figure 3.5, nous avons extrait les hydrocarbures encore présents dans le résidu solide obtenu à la température de pyrogénation de 108°C. La conversion globale comprenant l'étape de pyrolyse suivie de l'étape d'extraction mène à la conclusion que le rendement additionné en huiles est voisin de celui obtenu par pyrolyse à température optimale (≥400°C) ou par extraction complète des boues initiales. C'est ainsi qu'à la Figure 4.6 on observe que le chromatogramme obtenu pour les huiles extraites sur le résidu à 108°C est complémentaire de celui des huiles pyrolytiques obtenues à 108°C, l'ensemble étant équivalent aux huiles pyrolytiques obtenues à 497°C. Encore une fois la quantification des pics obtenus par chromatographie gazeuse révèle qu'en tenant compte des rendements, les catégories d'huiles pyrolytiques obtenues à 108°C s'additionnent à celles des huiles extraites pour être équivalentes approximativement aux huiles totales obtenues à 497°C par pyrolyse (Tableau 4.4).

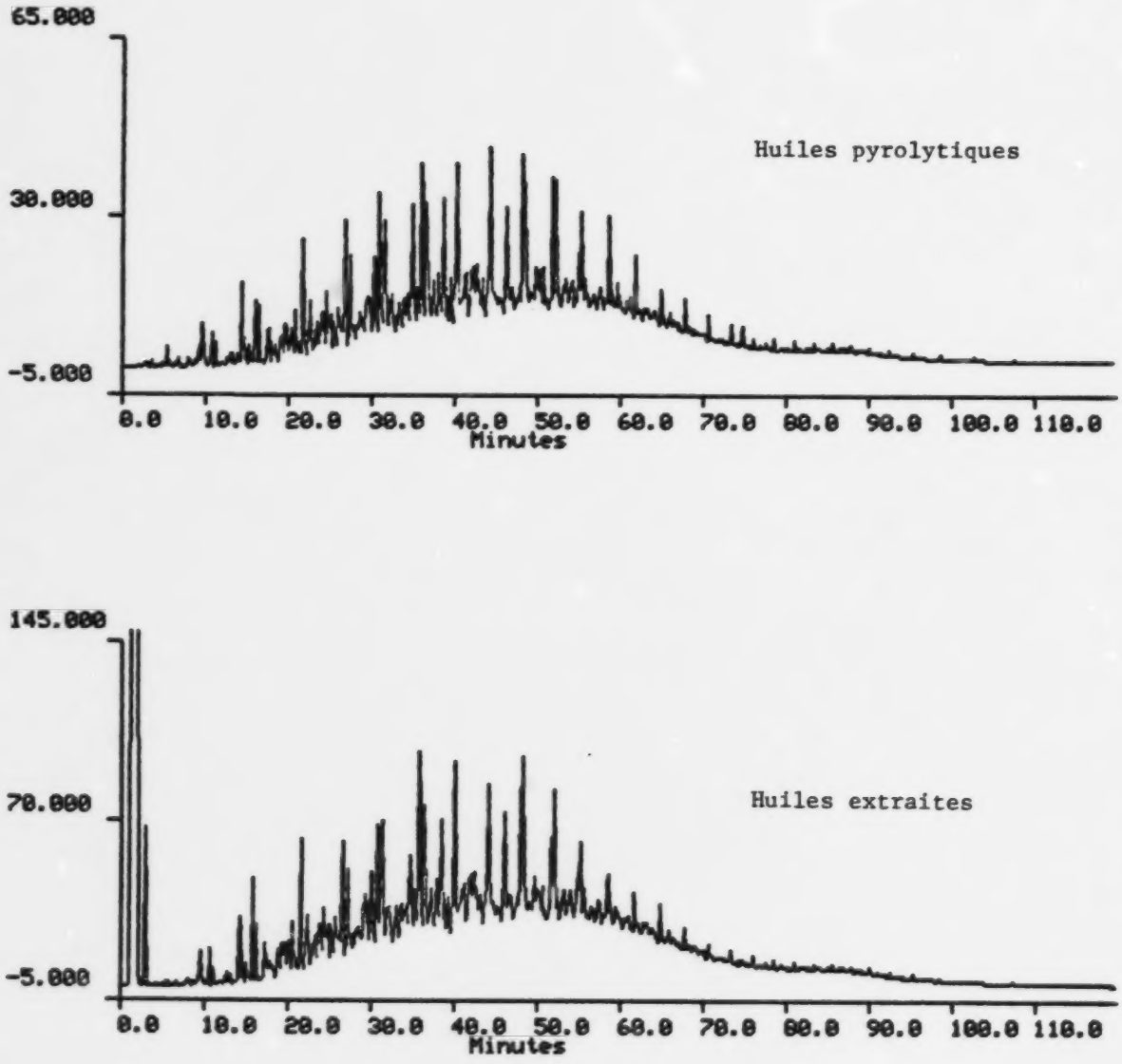



Figure 4.5 - Comparaison des chromatogrammes des huiles pyrolytiques obtenues à 497°C à partir des boues Pétro-Canada et des huiles extraites avec le dichlorométhane à partir des boues brutes.

TABLEAU 4.3 - ANALYSE CHROMATOGRAPHIQUE DES HUILES PYROLYTIQUES ET DES HUILES EXTRAITES AU $CH_2Cl_2$ OBTENUES A PARTIR DES BOUES PETRO-CANADA A 497°C
Distribution pondérale (% p/p)

| | NAPHTE | HUILE LEGERE | HUILE LOURDE | BRAI |
|---|---|---|---|---|
| Huiles pyrolytiques | 9 | 65 | 16 | 10 |
| Huiles extraites | 8 | 67 | 16 | 9 |

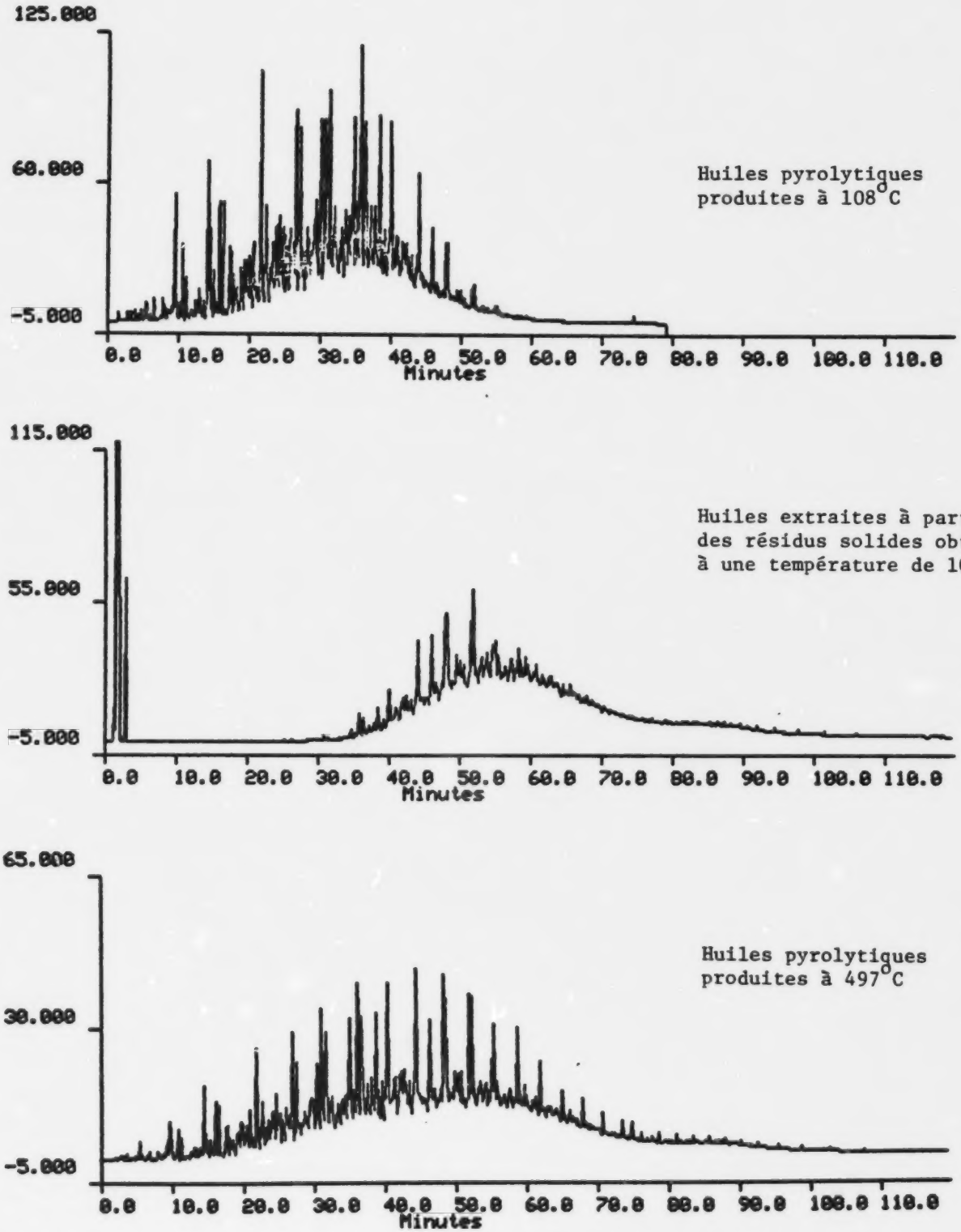



Figure 4.6 - Chromatogrammes des huiles pyrolytiques produites à 108°C et à 497°C à partir des boues Pétro-Canada et chromatogramme des huiles extraites du résidu pyrolytique produit à 108°C.

TABLEAU 4.4 - RENDEMENT COMPARE EN HUILES FRACTIONNEES OBTENUES PAR PYROLYSE A 108°C SUIVI DE L'EXTRACTION DU RESIDU SOLIDE 108°C ET CELUI OBTENU PAR PYROLYSE A 497°C DES BOUES PETRO-CANADA (% p/p)

| | RENDEMENT TEL QUE RECU EN HUILES | HUILE FRACTIONNEE | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| | | NAPHTE | LEGERE | LOURDE | BRAI |
| Huiles pyrolytiques 108°C | 7.2 | 1.44 | 5.62 | .14 | 0 |
| + | | | | | |
| Huiles extraites du solide 108°C | 11.3 | 0 | 5.87 | 3.62 | 1.81 |
| Huiles récupérées globalement | 18.5 | 1.44 | 11.49 | 3.90 | 1.81 |
| Huiles pyrolytiques 497°C | 17.9 | 1.61 | 11.63 | 2.86 | 1.79 |

## 5. RECOMMANDATIONS

Etant donné les rendements et la qualité des produits obtenus par le procédé thermochimique étudié au cours de ce projet, les auteurs recommandent de poursuivre les travaux de recherche en vue du développement d'une unité pilote (capacité d'environ 25 kg $h^{-1}$ de boues brutes) de valorisation des boues biologiques. L'unité réactionnelle centrale envisagée serait un four du type vis d'Archimède, opérant sous vide et sous une température de 400°C. Le design, la construction et l'opération d'une telle Unité de Développement de Procédé (U.D.P.) permettrait d'obtenir les données d'ingénierie complètes préalables à l'étude de faisabilité économique du procédé. L'U.D.P. devrait opérer à une échelle d'alimentation en continu afin d'identifier et de résoudre les problèmes mécaniques associés.

Les auteurs du présent rapport envisagent de présenter prochainement, en association avec l'industrie privée, une proposition de recherche spontanée dans ce sens.

# ANNEXES

1- Lettre de Pétro-Canada

2- Normes - Naphte CAN2-3.27-M81

3- Normes - Mazout de chauffage CAN2-3.2-M81

4- Normes - Combustible diesel à haute stabilité 3-GP-30M

5- Standard specification for fuels oils ASTM D 396-80

Produits Petro-Canada Inc.
C.P. 50
Pointe-aux-Trembles
Montréal (Québec) H1B 5K2
Téléphone (514) 252-5800
Télex 05-829653

Petro-Canada Products Inc.
P.O. Box 50
Pointe-aux-Trembles
Montréal, Québec H1B 5K2
Telephone (514) 252-5800
Telex 05-829653

ANNEXE 1

PETRO-CANADA

November 14, 1985

Ms. Pauline Rivard
Faculty of Applied Sciences
University of Sherbrooke,
Sherbrooke, Quebec

Dear Ms. Rivard;

With reference to a sample of oil you sent us during the latter part of October requesting a laboratory evaluation, please find attached the preliminary analysis.

It is my understanding that this sample represents an oil extracted from "Holding Basin" sludge. The extraction was done using a pyrolysis technique.

The analysis shows that the oil is suitable for petroleum reprocessing although a more detailed analysis may be required before a final decision is made. Not completed in this preliminary work is data that can be obtained by performing a component separation analysis using fractional distillation as well as the determination of V, Ni, Na, Cu and Fe trace metals that could act as catalyst poisons.

If you have any questions about the meaning or interpretation of the analysis, kindly let me know.

Hoping that the above will be to your satisfaction, I remain,

Sincerely yours,

V.B. Muratoff
Laboratory

VBM/sl
Attach.

c.c. Messrs. R. Dufresne
C. Lussier

PETRO-CANADA

## SAMPLE #B047

| | |
|---|---|
| API Gravity (ASTM D1298) | 29.0° |
| Specific Gravity | 0.8816 |
| Flash Point (ASTM D93) | 178°F |
| Sulphur | 0.90 % |
| B.S. & W. (ASTM D4007) | 0.20 % |
| Viscosity @ 100°F, Kinematic | 7.16 cs |
| Ramsbottom Carbon Residue (ASTM D524) | 0.13 % |
| Distillation (ASTM D86) | |
| IBP | 486°F |
| 5% | 505 |
| 10% | 520 |
| 20% | 539 |
| 30% | 555 |
| 40% | 574 |
| 50% | 594 |
| 60% | 617 |
| 70% | 644 |
| 80% | 686 |
| 90% | 746 |
| 93% | 760 (Residue Breakdown) |

VBM/sl

ANNEXE 2

NATIONAL STANDARD OF CANADA

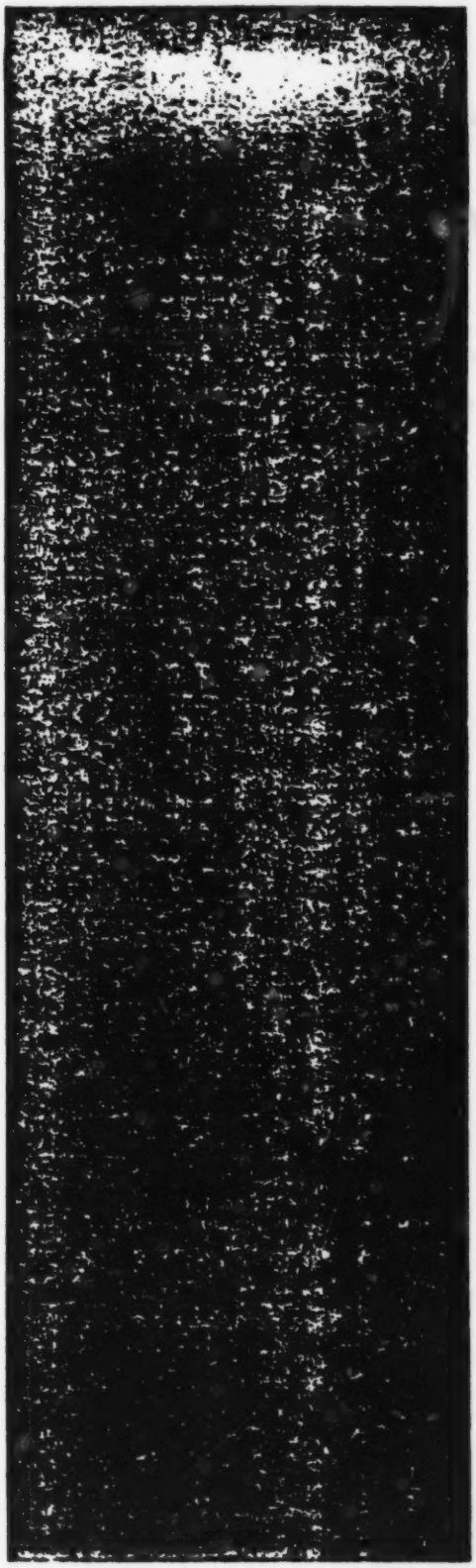
NORME NATIONALE DU CANADA

**CAN2-3.27-M81**

Supersedes/Remplace
CAN2-3.27-M78

# Naphtha Fuel

# Naphte (combustible)



Canadian General Standards Board

Office des normes générales du Canada

This standard has been developed by the CANADIAN GENERAL STANDARDS BOARD (CGSB) for the application stated in the Scope clause. The user of this standard is responsible for judging its suitability for his particular purpose or application.

The Canadian General Standards Board develops voluntary standards through standards committees and the consensus process. All relevant interests are invited to be represented on the standards committees, including producers, consumers and other users, retailers, governments, educational institutions, technical, professional and trade societies and research and testing organizations. CGSB is recognized by the Standards Council of Canada as a national standards-writing organization. CGSB produces standards to meet particular needs in response to requests from both the public and the private sectors.

CGSB standards are subject to periodic review to ensure that they keep abreast of technological progress. Suggestions for their improvement, which are always welcome, are brought to the notice of the standards committees concerned. Changes to standards are issued either as separate amendment sheets or in new editions of the standards.

Further information on CGSB and its services and standards may be obtained from:

Canadian General Standards Board
Ottawa, Canada
K1A 1G6

The STANDARDS COUNCIL OF CANADA is the co-ordinating body of the National Standards System, a federation of independent, autonomous organizations working towards the further development and improvement of voluntary standardization in the national interest.

The principal objects of the Council are to foster and promote voluntary standardization as a means of advancing the national economy, benefiting the health, safety and welfare of the public, assisting and protecting the consumer, facilitating domestic and international trade, and furthering international co-operation in the field of standards.

A National Standard of Canada is a standard that has been approved by the Standards Council of Canada and one that reflects a reasonable agreement among the views of a number of capable individuals whose collective interests provide to the greatest practicable extent a balance of representation of producers, users, consumers and others with relevant interests, as may be appropriate to the subject in hand. It normally is a standard that is capable of making a significant and timely contribution to the national interest.

Approval by the Standards Council of Canada indicates that a standard conforms to the criteria and procedures established by the Council. Approval does not indicate that a review of the technical content of the standard has been made by the Council; this remains the continuing responsibility of the accredited standards-writing organization.

Those who have a need to apply standards are encouraged to use National Standards of Canada whenever practicable. These standards are subject to periodic review; therefore, users are cautioned to obtain the latest edition from the organization preparing the standard.

National Standards of Canada are approved by the

Standards Council of Canada
350 Sparks Street
Ottawa, Ontario
K1R 7S8

La présente norme dont l'application est précisée à l'alinéa intitulé Objet, a été élaborée par l'OFFICE DES NORMES GÉNÉRALES DU CANADA (ONGC). L'usager de cette norme doit décider si elle peut servir à ses fins.

L'Office des normes générales du Canada rédige des normes facultatives à l'aide de comités des normes qui se prononcent à la majorité des voix. Tous les groupes intéressés aux normes à l'étude, notamment les fabricants, les consommateurs et autres usagers, les détaillants, les gouvernements, les institutions d'enseignement, les associations techniques, professionnelles et commerciales, ainsi que les organismes de recherche et d'essai sont invités à faire partie des comités des normes. L'ONGC est reconnue par le Conseil canadien des normes à titre d'organisme rédacteur de normes nationales. L'ONGC rédige également des normes visant des besoins particuliers à la demande tant du secteur privé que du secteur public.

Étant donné l'évolution technique, les normes de l'ONGC font l'objet de révisions périodiques. Toutes les suggestions susceptibles d'en améliorer la teneur sont accueillies avec grand intérêt et portées à l'attention des comités des normes concernés. Les changements apportés aux normes sont publiés sous la forme de modificatifs, distincts, ou incorporés dans les nouvelles éditions des normes.

Pour de plus amples renseignements sur l'ONGC, ses services et ses normes, s'adresser à:

L'Office des normes générales du Canada
Ottawa, Canada
K1A 1G6

Le CONSEIL CANADIEN DES NORMES est l'organisme de coordination du Système de normes nationales, une fédération d'organismes indépendants et autonomes qui travaillent au développement et à l'amélioration de la normalisation volontaire dans l'intérêt national.

Les principaux buts du Conseil sont d'encourager et de promouvoir la normalisation volontaire comme moyen d'améliorer l'économie nationale, d'améliorer la santé, la sécurité et le bien-être du public, d'aider et de protéger le consommateur, de faciliter le commerce national et international et de favoriser la coopération internationale dans le domaine de la normalisation.

Une Norme nationale du Canada est une norme, approuvée par le Conseil canadien des normes, qui reflète une entente raisonnable parmi les points de vue d'un certain nombre de personnes compétentes dont les intérêts réunis forment, au degré le plus élevé possible, une représentation équilibrée des producteurs, utilisateurs, consommateurs et autres personnes intéressées, selon le domaine envisagé. Il s'agit généralement d'une norme qui peut apporter une contribution appréciable, en temps opportun, à l'intérêt national.

L'approbation du Conseil canadien des normes indique qu'une norme est conforme aux critères et méthodes établis par le Conseil. Elle n'indique pas que le Conseil a procédé à une étude de l'aspect technique de la norme, cette étude demeurant la responsabilité de l'organisme rédacteur de normes accrédité.

Il est recommandé aux personnes qui ont besoin de normes de se servir des Normes nationales du Canada lorsque la chose est possible. Ces normes font l'objet d'examens périodiques; c'est pourquoi il est recommandé aux utilisateurs de se procurer l'édition la plus récente de la norme auprès de l'organisme qui l'a préparée.

Les Normes nationales du Canada sont approuvées par le

Conseil canadien des normes
350, rue Sparks
Ottawa, Ontario
K1R 7S8

**IMPORTANT NOTICE**

CGSB Standards are subject to periodical review and New Editions and Amendments may be published from time to time.
If you wish to receive Amendments and be notified of the next New Edition, please complete and return this card to: –

Canadian General Standards Board
Attention: Sales
Ottawa, Canada
K1A 1G6

**AVIS IMPORTANT**

Les normes de l'ONGC font l'objet de révision périodique. Une nouvelle édition ainsi que des modificatifs peuvent ainsi être publiés de temps à autre.
Si vous désirez recevoir les modificatifs ou être mis au courant de la prochaine nouvelle édition, veuillez remplir cette carte et nous la retourner à: –

l'Office des normes générales du Canada
À l'attention de: Ventes
Ottawa, Canada
K1A 1G6

**CGSB STANDARD**
**NORME DE L'ONGC** CAN2-3.27-M81

Name/Nom _____

Organization/Organisme _____

_____

Address/Adresse _____

City/Ville _____

Prov./State/État _____

Country/Pays _____ Postal/Zip/Code postal _____

CAN2-3.27-M81
Supersedes/Remplace
CAN2-3.27-M78

NATIONAL STANDARD OF CANADA

NORME NATIONALE DU CANADA

# NAPHTHA FUEL

# NAPHTE (COMBUSTIBLE)

This standard is expressed in SI (Metric) units in response to the requirements of Canada's metric conversion program. By agreement with the Committee on Petroleum Products it supersedes CAN2-3.27-M78.

Les valeurs de la présente norme sont exprimées en unités SI (métriques) conformément aux exigences du Programme canadien de conversion au système métrique. Le comité des produits pétroliers est d'accord que la présente remplace la norme CAN2-3.27-M78.

Prepared by/Préparée par

Canadian General Standards Board
l'Office des normes générales du Canada CGSB

Approved by/Approuvée par le

Standards Council of Canada
Conseil canadien des normes

Published December 1981 by the
Canadian General Standards Board

Publiée, décembre 1981, par
l'Office des normes générales du Canada

© Minister of Supply and Services Canada — 1981

No part of this publication may be reproduced in any form without the prior permission of the publisher

© Ministre des Approvisionnements et Services Canada — 1981

Aucune partie de cette publication ne peut être reproduite d'aucune manière sans la permission préalable de l'éditeur.

## CANADIAN GENERAL STANDARDS BOARD
## OFFICE DES NORMES GÉNÉRALES DU CANADA

### COMMITTEE ON PETROLEUM PRODUCTS
### COMITÉ DES PRODUITS PÉTROLIERS

*(Membership at date of approval by the Committee)*
*(Composition à la date d'approbation)*

| | | |
|---|---|---|
| Department of Transport | Alexander, A.M. | Ministère des Transports |
| Golden Eagle Canada Ltd. | Archambault, R. | Aigle d'or Canada Ltée |
| Quebec Hydro | Attendu, M. | Hydro-Québec |
| Department of National Defence | Barnett, Capt R.B. | Ministère de la Défense nationale |
| Imperial Oil Ltd. | Caverhill, J.R. | Compagnie pétrolière impériale Ltée |
| Department of National Defence | Charanduk, R. | Ministère de la Défense nationale |
| Department of Industry and Commerce (Manitoba) | Chochinov, N.A. | Ministère de l'Industrie et du Commerce (Manitoba) |
| Heating, Refrigerating & Air Conditioning Institute of Canada | Cryer, S.K. | Heating, Refrigerating & Air Conditioning Institute of Canada |
| Sun Oil Company Ltd. | Czornyj, N. | Sun Oil Company Ltd. |
| Canadian Importers Association Inc. | Dawes, P. | Canadian Importers Association Inc. |
| Wire Rope Industries Ltd. | Delorme, G. | Industrie de cables d'acier Ltée |
| Burmah-Castrol Canada Ltd. | Douglas, P.J. | Burmah-Castrol Canada Ltd. |
| Petrosar Ltd. | Eshpeter, D. | Petrosar Ltd. |
| B.P. Oil Canada Ltd. | Fairman, A.G.C. | B.P. Pétroles Canada Ltée |
| Department of Energy, Mines and Resources | Furimsky, Dr E. | Ministère de l'Énergie, des Mines, et des Ressources |
| National Research Council of Canada | Gardner, L. | Conseil national de recherches du Canada |
| General Motors of Canada Ltd. | Green, W.A. | General Motors du Canada Ltée |
| Department of National Defence | Grimsey, R.G. | Ministère de la Défense nationale |
| Shell Canada Ltd. | Hossack, P. | Shell Canada Ltée |
| Department of National Defence | Jones, R. | Ministère de la Défense nationale |
| Department of the Environment | Labuda, J. | Ministère de l'Environnement |
| Department of the Environment | Lennox, I. | Ministère de l'Environnement |
| Texaco Canada Ltd. | MacLeod, J.L. | Texaco Canada Ltée |
| Department of Transport | Mather, R.J. | Ministère des Transports |
| Consultant | Perry, G.T. | Expert-conseil |
| Gulf Oil Canada Ltd. | Rogers, R.W. | Gulf Oil Canada Ltée |
| Pratt & Whitney Aircraft of Canada Ltd. | Sampath, Dr P. | Pratt & Whitney Aircraft du Canada Ltée |
| Ministry of Consumer & Commercial Relations (Ontario) | Smith, G.R. | Ministère de la Consommation et du Commerce (Ontario) |
| Research Council of Alberta | Stott, G.<br>Mrs./Mme | Conseil de recherches de l'Alberta |
| National Research Council of Canada | Strigner, P.L. | Conseil national de recherches du Canada |
| Petrofina Canada Ltd. | Turcotte, P. | Petrofina Canada Ltée |
| Ministry of Natural Resources (Quebec) | Turgeon, C. | Ministère des Richesses naturelles (Québec) |
| National Research Council of Canada | Whyte, Dr R.B.<br>Chairman/Président | Conseil national de recherches du Canada |
| Air Canada | Wittenberg, A. | Air Canada |
| CGSB/DSS | Robinson, R.J.<br>Secretary/Secrétaire | ONGC/MAS |

Acknowledgement is made for the French translation of this National Standard of Canada by the Translation Bureau of the Department of the Secretary of State and the technical editing of the translation by the Supply Information and Data Management Branch of the Department of Supply and Services.

Nous remercions le Bureau des traductions du Secrétariat d'État de la traduction française de la présente norme nationale du Canada ainsi que la Direction de la gestion des données et de l'information sur les approvisionnements du ministère des Approvisionnements et Services qui en a assuré la révision technique.

CAN2-3.27-M81

Supersedes/Remplace
CAN2-3.27-M78

# CANADIAN GENERAL STANDARDS BOARD

**Standard for**

# NAPHTHA FUEL

# OFFICE DES NORMES GÉNÉRALES DU CANADA

**Norme**

# NAPHTE (COMBUSTIBLE)

## 1. SCOPE

1.1 This standard applies to two types of petroleum distillate suitable for use in appliances requiring naphtha type fuel.

## OBJET

La présente norme s'applique à deux types de produits de distillation du pétrole destinés à être utilisés dans les appareils alimentés par un combustible de type naphte.

## 2. APPLICABLE PUBLICATIONS

2.1 The following publications are applicable to this standard:

2.1.1 American Society for Testing and Materials (ASTM)

Annual Standards for Petroleum Products and Lubricants.

E29 – Recommended Practice for Indicating which Places of Figures are to be Considered Significant in Specified Limiting Values.

2.2 Reference to the above publications is to the latest issues. The source for these publications is shown in the Notes section.

## PUBLICATIONS APPLICABLES

Les publications suivantes s'appliquent à la présente norme:

American Society for Testing and Materials (ASTM)

Annual Standards for Petroleum Products and Lubricants

E29 – Recommended Practice for Indicating which Places of Figures are to be Considered Significant in Specified Limiting Values.

Ces publications s'entendent de l'édition la plus récente. La source de diffusion est indiquée dans la section intitulée Remarques.

## 3. CLASSIFICATION

3.1 The fuels shall be supplied in the following types as specified, (par. 7.2).

3.1.1 *Types*

*Type 1* – Suitable for use in catalytic and pressure appliances
*Type 2* – Suitable for use in pressure appliances only

## CLASSIFICATION

Les combustibles doivent être fournis dans les types suivants selon les prescriptions (par. 7.2):

*Types*

*Type 1* – Utilisation dans les appareils catalytiques et pressurisés
*Type 2* – Utilisation dans les appareils pressurisés seulement

## 4. GENERAL REQUIREMENTS

4.1 The fuel shall be clear in appearance and free from dye, undissolved water and suspended matter.

4.2 It shall be a refined petroleum product, free from impurities, including lead and other anti-knock compounds.

## EXIGENCES GÉNÉRALES

Le combustible doit être limpide, exempt de colorant, d'eau non dissoute et de matières en suspension.

Il doit être un produit pétrolier raffiné, exempt d'impuretés, y compris le plomb et autres composés antidétonants.

## 6. DETAIL REQUIREMENTS

**NOTICE:** The naphtha shall comply with the requirements below, *the limits of which are absolute, and not subject to correction for tolerances of test methods.*

## EXIGENCES PARTICULIÈRES

**AVIS:** Le naphte doit satisfaire aux exigences suivantes *dont les valeurs limites sont absolues et ne peuvent être corrigées pour tenir compte des tolérances des méthodes d'essai.*

| | | Type 1 | | Type 2 | | Test Method Méthode d'essai ASTM | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | Min. | Max. | Min. | Max. | | |
| 5.1 | Sulfur, mg/kg | – | 5 | – | 500 | D 3120<br>D 1266 | Soufre, mg/kg |
| 5.2 | Aromatics, % Vol | – | 10 | – | – | D 936 | Aromatiques, % en vol. |
| 5.3 | Gum, Existent, mg/100 mL | – | 1.0 | – | 2.0 | D 381 | Gommes existantes, mg/100 mL |
| 5.4 | Distillation | | | | | D 86 | Distillation |
| 5.4.1 | Initial Boiling Point, °C | 38 | 71 | 32 | 71 | | Point d'ébullition initial, °C |
| 5.4.2 | 10% Recovered, °C | | | – | 74 | | Récupération, 10%, °C |
| 5.4.3 | 50% Recovered, °C | 66 | 93 | – | 104 | | Récupération, 50%, °C |
| 5.4.4 | 90% Recovered, °C | | | – | 149 | | Récupération, 90%, °C |
| 5.4.5 | Final Boiling Point, °C | 93 | 127 | – | 177 | | Point d'ébullition final, °C |
| 5.4.6 | Recovery, % Vol. | 97 | – | 97 | – | | Récupération, % en vol. |
| 5.4.7 | Residue, % Vol.* | – | 1.0 | – | 1.0 | | Résidu, % en Vol.* |
| 5.5 | Corrosion (Copper Strip Test Tube), 3 h at 50°C | – | No./N° 1 | – | No./N° 1 | D 130 | Corrosion (Éprouvette lame de cuivre), 3 h à 50°C |
| 5.6 | Color, Saybolt | 25 | – | +23 | – | D 156 | Couleur Saybolt |
| 5.7 | Oxidation Stability (Induction Period) Min. | 480 | – | 480 | – | D 525 | Stabilité à l'oxydation (période d'admission), min. |
| 5.8 | Bromine Number | – | 5 | – | 5 | D 1159 | Indice de brome |
| 5.9 | Reid Vapour Pressure, kPa at 37.8°C | – | 55 | – | 55 | D 323 | Tension de vapeur Reid, kPa à 37.8°C |
| 5.10 | Lead, mg/L | – | 13 | – | 13 | D 3237 | Plomb, mg/L |

5.11 **Additives** – Additives, when used, shall remain uniformly distributed in the naphtha. When requested, the supplier shall supply the purchaser with a statement of the type and concentration of any additives used in the fuel.

**Additifs** – S'ils sont utilisés, les additifs doivent rester uniformément répartis dans le naphte. Sur demande de l'acheteur, le fournisseur doit lui remettre une déclaration indiquant le type et la concentration de tout additif incorporé au combustible.

*The acidity of the distillation residue shall be nil when tested in accordance with ASTM D 1093.

*Le résidu de distillation ne doit pas être acide lorsqu'il est éprouvé suivant D 1093 de l'ASTM.

## 6. INSPECTION

6.1 **Sampling** – A sample of not less than four litres shall be provided for testing and shall be obtained in accordance with ASTM D 270.

## 7. NOTES

7.1 **Option** – The following option provided in this standard should be specified in application of the standard:

a. Type (par. 3.1).

7.2 **Intended Uses** – Type 1 naphtha to this standard is intended for use in catalytic type heaters. It may also be used in pressure lighting and burning equipment.

Type 2 naphtha is not suitable for use in catalytic heaters but may be used in naphtha pressure appliances such as certain stoves, lanterns, heating units, blow torches, etc.

7.3 The publications referred to in par. 2.1.1 may be obtained from the American Society for Testing and Materials, 1916 Race Street, Philadelphia, Pa., 19103, U.S.A.

## INSPECTION

**Échantillonnage** – Un échantillon d'au moins quatre litres doit être prélevé conformément à D 270 de l'ASTM.

## REMARQUES

**Option** – L'option suivante qui est prévue dans la présente norme devrait être précisée lors de son application:

a. Type (par. 3.1).

**Utilisations prévues** – Le naphte de type 1 conforme à la présente norme est destiné à être utilisé dans les radiateurs de type catalytique. Il peut également être utilisé dans les appareils d'éclairage et à combustion pressurisés.

Le naphte de type 2 n'est pas destiné à être utilisé dans les radiateurs catalytiques mais peut être employé dans les appareils pressurisés qui utilisent le naphte, tels que certaines cuisinières, lanternes, certains appareils de chauffage, chalumeaux, etc.

Les publications mentionnées à l'al. 2.1.1 sont diffusées par l'American Society for Testing and Materials, 1916 Race Street, Philadelphia, Pa., 19103, U.S.A.

ANNEXE 3

NATIONAL STANDARD OF CANADA

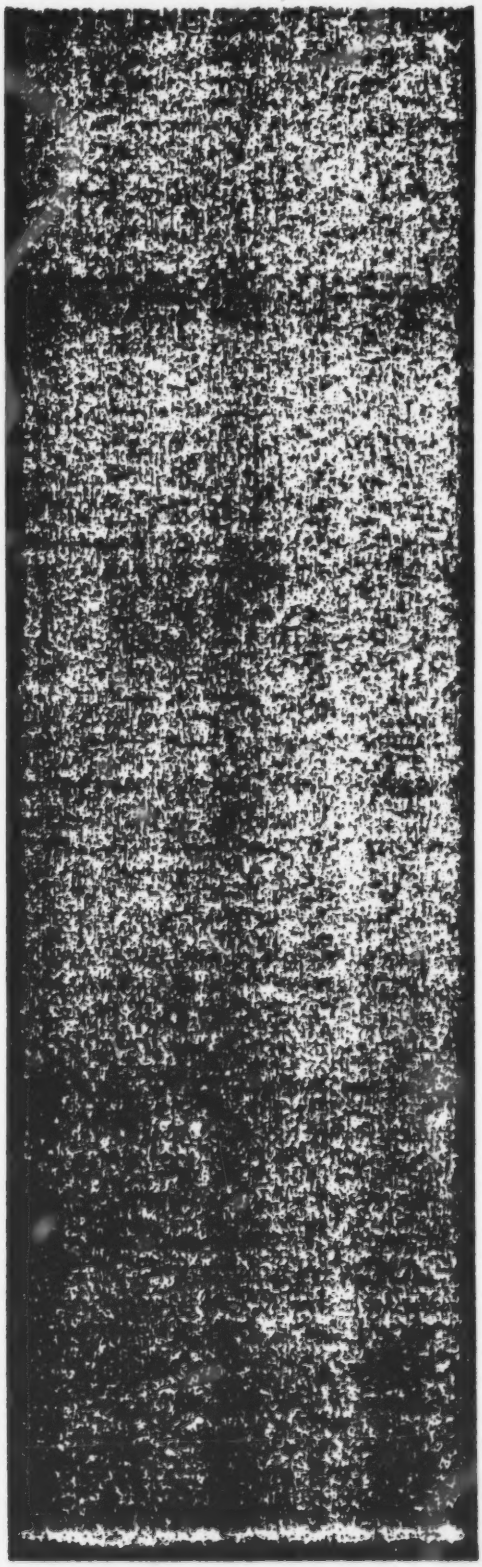
NORME NATIONALE DU CANADA

# CAN2-3.2-M81

Supersedes/Remplace
3-GP-2M, 3-GP-2e
3-GP-4P, 3-GP-4M

# Fuel Oil, Heating

# Mazout de chauffage



Canadian General Standards Board

Office des normes générales du Canada

CAN2-3.2-M81
Supersedes/Remplace
3-GP-2M, 3-GP-2e
3-GP-4P, 3-GP-4M

NATIONAL STANDARD OF CANADA

NORME NATIONALE DU CANADA

# FUEL OIL, HEATING

# MAZOUT DE CHAUFFAGE

This standard is expressed in SI (Metric) units in response to the requirements of Canada's metric conversion program. By agreement with the Committee on Petroleum Products it supersedes 3-GP-2M, 3-GP-2e, 3-GP-4P and 3-GP-4M.

Les valeurs de la présente norme sont exprimées en unités SI (métriques) conformément aux exigences du Programme canadien de conversion au système métrique. Le comité des produits pétroliers est d'accord que la présente remplace la norme 3-GP-2M, 3-GP-2e, 3-GP-4P et 3-GP-4M.

Prepared by

Canadian General Standards Board

Approved by

Standards Council of Canada

Published April 1981 by the Canadian General Standards Board

Préparée par

l'Office des normes générales du Canada

Approuvée par le

Conseil canadien des normes.

Publiée, avril 1981 par l'Office des normes générales du Canada

© Minister of Supply and Services Canada – 1981

No part of this publication may be reproduced in any form without the prior permission of the publisher

© Ministre des Approvisionnements et Services Canada – 1981

Aucune partie de cette publication ne peut être reproduite d'aucune manière sans la permission préalable de l'éditeur.

## CANADIAN GENERAL STANDARDS BOARD
## OFFICE DES NORMES GÉNÉRALES DU CANADA

### COMMITTEE ON PETROLEUM PRODUCTS
### COMITÉ DES PRODUITS PÉTROLIERS

*(Membership at date of approval by the Committee)*
*(Composition à la date d'approbation)*

| | | |
|---|---|---|
| Department of Transport | Alexander, A.M. | Ministère des Transports |
| Golden Eagle Canada Ltd. | Archambault, R. | Aigle d'or Canada Ltée |
| Quebec Hydro | Attendu, M.C. | Hydro-Québec |
| Imperial Oil Ltd. | Caverhill, J.R. | Compagnie pétrolière impériale Ltée |
| Department of National Defence | Charanduk, R. | Ministère de la Défense nationale |
| Department of Industry and Commerce (Manitoba) | Chochinov, N.A. | Ministère de l'Industrie et du Commerce (Manitoba) |
| Heating, Refrigerating & Air Conditioning Institute of Canada | Cryer, S.K. | Heating, Refrigerating & Air Conditioning Institute of Canada |
| Sun Oil Company Ltd. | Czornyj, N. | Sun Oil Company Ltd. |
| Gulf Oil Canada Ltd. | Donald, R.M. | Gulf Oil Canada Ltée |
| B.P. Oil Canada Ltd. | Fairman, A.G.C. | B.P. Pétroles Canada Ltée |
| Department of Energy, Mines and Resources | Furimsky, Dr E. | Ministère de l'Énergie, des Mines, et des Ressources |
| Department of National Defence | Grimsey, R.G. | Ministère de la Défense nationale |
| Department of National Defence | Hartwick, Capt D.R. | Ministère de la Défense nationale |
| Department of National Defence | Jones, R.E. | Ministère de la Défense nationale |
| Department of the Environment | Krygsman, L. | Ministère de l'Environnement |
| Department of the Environment | Labuda, J. | Ministère de l'Environnement |
| Department of Public Works | Laycraft, N.E.<br>Chairman/Président | Ministère des Travaux publics |
| Texaco Canada Ltd. | MacLeod, J.L. | Texaco Canada Ltée |
| Texasgulf Canada Ltd. | Miller, J. | Texasgulf Canada Ltd. |
| Air Canada | Miller, T.A. | Air Canada |
| Shell Canada Ltd. | Perry, G.T. | Shell Canada Ltée |
| Department of Transport | Samoil, L.B. | Ministère des Transports |
| Pratt & Whitney Aircraft of Canada Ltd. | Sampath, Dr P. | Pratt & Whitney Aircraft du Canada Ltée |
| Department of Public Works | Shimizu, T.Y. | Ministère des Travaux publics |
| Burmah-Castrol Canada Ltd. | Sked, D.A. | Burmah-Castrol Canada Ltd. |
| Ministry of Consumer & Commercial Relations (Ontario) | Smith, G.R. | Ministère de la Consommation et du Commerce (Ontario) |
| Research Council of Alberta | Stott, G.<br>Mrs./Mme | Conseil de recherches de l'Alberta |
| Petrofina Canada Ltd. | Turcotte, P. | Petrofina Canada Ltée |
| National Research Council of Canada | Whyte, Dr R.B. | Conseil national de recherches du Canada |
| Department of Supply and Services/ Canadian General Standards Board | Robinson, R.J.<br>Secretary/Secrétaire | Ministère des Approvisionnements et Services/ Office des normes générales du Canada |

Acknowledgement is made for the French translation of this National Standard of Canada by the Translation Bureau of the Department of the Secretary of State and the technical editing of the translation by the Supply Information and Data Management Branch of the Department of Supply and Services.

Nous remercions le Bureau des traductions du Secrétariat d'État de la traduction française de la présente norme nationale du Canada ainsi que la Direction de la gestion des données et de l'information sur les approvisionnements du ministère des Approvisionnements et Services qui en a assuré la révision technique.

CAN2-3.2-M81

CAN2-3.2-M81

Supersedes/Remplace
3-GP-2M, 3-GP-2u
3-GP-4P, 3-GP-4M

# CANADIAN GENERAL STANDARDS BOARD

## Standard for

# FUEL OIL, HEATING

# OFFICE DES NORMES GÉNÉRALES DU CANADA

## Norme

# MAZOUT DE CHAUFFAGE

## 1. SCOPE

1.1 This standard applies to four types of distillate fuel oils suitable for use in liquid-fuel-burning equipment without preheating, and three types of fuel oils which may contain residual fuel components and may require preheating.

1.2 For more information on uses, see par. 7.2.

## OBJET

La présente norme s'applique à quatre types de mazout distillé destinés à être utilisés dans les installations de chauffage à combustible liquide sans préchauffage et à trois types de mazout pouvant renfermer des composants de mazout résiduel et pouvant nécessiter un préchauffage.

Pour plus de précisions sur l'emploi du produit, voir par. 7.2.

## 2. APPLICABLE PUBLICATIONS

2.1 The following publications are applicable to this standard:

2.1.1 American Society for Testing and Materials (ASTM)

Annual Standards for Petroleum Products and Lubricants

D 396 – Standard Specification for Fuel Oils
E 29 – Recommended Practice for indicating which places of figures are to be considered significant in specified limiting values.

2.2 Reference to the above publications is to the latest issues. The source for these publications is shown in the Notes section.

## PUBLICATIONS APPLICABLES

Les publications suivantes s'appliquent à la présente norme:

American Society for Testing and Materials (ASTM)

Annual Standards for Petroleum Products and Lubricants

D 396 – Standard Specification for Fuel Oils
E 29 – Recommended Practice for indicating which places of figures are to be considered significant in specified limiting values.

Ces publications s'entendent de l'édition la plus récente. La source de diffusion est indiquée dans la section intitulée Remarques.

## 3. CLASSIFICATION

3.1 The fuel oil shall be supplied in the following types, as specified, (par. 7.1):

Type 00
Type 0
Type 1
Type 2
Type 4
Type 5
Type 6

See par. 7.2 for definitions and Table 1 for characteristics.

## CLASSIFICATION

Le mazout doit être fourni dans les types suivants selon les prescriptions (par. 7.1):

Type 00
Type 0
Type 1
Type 2
Type 4
Type 5
Type 6

Se reporter au par. 7.2 pour les définitions et au tableau 1 pour les caractéristiques.

## 4. GENERAL REQUIREMENTS

4.1 The fuel oils specified shall be essentially hydrocarbons but may contain additives designed to improve the characteristics or the performance of the fuel. Examples of such additives include those which enhance low-temperature flow properties, storage life, static charge dissipation, wear properties, haze dissipation and corrosion inhibition. (Note 1)

NOTE 1 – The user is cautioned against incorporating further additives in the supplied fuel oils without obtaining detailed performance data from controlled tests which confirm the performance improvement without harmful side effects.

4.2 The fuel shall be stable homogeneous liquid free from foreign matter likely to clog filters or nozzles or damage equipment.

4.3 The fuel oils may contain a dye for identification purposes.

## 5. DETAIL REQUIREMENTS

5.1 The fuel oil shall comply with the requirements of Table 1 and the applicable notes. *The limits specified are absolute, and not subject to correction for tolerances of test methods.*

## 6. INSPECTION

6.1 **Sampling** – A sample of not less than one litre shall be obtained in accordance with ASTM D 270.

## 7. NOTES

7.1 **Options** – The following options provided in this standard should be specified in application of the standard (Note 2):

a. Type (Par. 3.1 and Table 1)
b. Sulfur Limit (Table 1)
c. Pour Point or Cloud Point (Table 1).

NOTE 2 – The application of these options should be based upon information on the following parameters:

a. Time and Location of Intended Use
b. Intended Usage(s)
c. Storage Conditions
d. Flash Limit Restrictions

## EXIGENCES GÉNÉRALES

Les mazouts prescrits doivent être essentiellement des hydrocarbures mais peuvent contenir des additifs destinés à améliorer les caractéristiques du combustible ou son rendement. Parmi ces additifs, on compte ceux qui accroissent les propriétés d'écoulement à basse température, la durée de stockage, la dissipation de la charge statique, les propriétés de résistance à l'usure, la dissipation de trouble et l'inhibition de la corrosion. (Remarque 1)

REMARQUE 1 – L'utilisateur ne devrait pas incorporer d'autres additifs aux mazouts fournis sans obtenir des données détaillées tirées d'essais de contrôle démontrant une amélioration du rendement sans effets secondaires nocifs.

Le mazout doit être un liquide homogène, stable et exempt de matières étrangères susceptibles d'obstruer les filtres ou les tuyères ou d'endommager l'équipement.

Les mazouts peuvent contenir un colorant aux fins d'identification.

## EXIGENCES PARTICULIÈRES

Le mazout doit satisfaire aux exigences du tableau 1 et à celles des remarques applicables. *Les limites prescrites sont absolues et ne peuvent être corrigées pour tenir compte des tolérances des méthodes d'essai.*

## INSPECTION

**Échantillonnage** – Un échantillon d'au moins un litre doit être prélevé conformément à la méthode D 270 de l'ASTM.

## REMARQUES

**Options** – Les options suivantes qui sont prévues dans la présente norme devraient être précisées lors de son application (Remarque 2):

a. Type (par. 3.1 et tableau 1)
b. Teneur maximale en soufre (tableau 1)
c. Point d'écoulement ou point de trouble (tableau 1).

REMARQUE 2 – L'application des présentes options devrait reposer sur les renseignements relatifs aux paramètres suivants:

a. Saison et endroit de l'utilisation prévue
b. Utilisation(s) prévue(s)
c. Conditions de stockage
d. Restrictions relatives au point d'éclair

e. Sulfur Limit Restrictions
f. Cloud Point Limits
g. Pour Point Limits
h. Legal Requirements.

e. Restrictions relatives à la teneur en soufre
f. Limites relatives au point de trouble
g. Limites relatives au point d'écoulement
h. Exigences légales.

7.2 **Intended Uses** — The fuel oils covered by this standard are intended for use in oil-burning equipment for the generation of heat for domestic and industrial purposes.

**Utilisations prévues** — Les mazouts régis par la présente norme sont destinés aux appareils de chauffage domestiques et industriels.

7.2.1 Types 00, 0, 1 and 2 fuel oils are primarily for use in domestic-type oil burners. They may, however, be used for some industrial purposes.

Les mazouts de types 00, 0, 1 et 2 sont destinés surtout aux brûleurs domestiques; ils peuvent toutefois être utilisés à certaines fins industrielles.

7.2.2 Types 4, 5 and 6 are essentially industrial fuels suitable for use in boiler plants, metallurgical operations, etc.

Les mazouts de types 4, 5 et 6 sont des combustibles principalement industriels destinés au chauffage des chaudières, aux opérations métallurgiques, etc.

7.2.3 Type 00 fuel is intended for use in fuel-oil-burning appliances in the far northern regions where ambient temperature of -50°C are encountered.

Le mazout de type 00 est destiné aux appareils de chauffage utilisés dans les régions du Grand Nord où la température ambiante atteint -50°C.

7.2.4 Type 0 fuel is intended primarily for use in sleeve-type and wick-feed burners, and in most vaporizing pot-type burner applications.

Le mazout de type 0 est destiné surtout aux brûleurs du type manchon ou à mèche, et aux brûleurs vaporisateurs à godets.

7.2.5 Type 1 is a distillate oil intended for atomizing burners in which Type 2 fuel cannot be used satisfactorily, and in certain vaporizing pot-type burner applications.

Le mazout de type 1 est un mazout distillé destiné aux brûleurs pulvérisateurs qui ne peuvent être alimentés par le mazout de type 2 et à certains brûleurs vaporisateurs à godets.

7.2.6 Type 2 fuel is a heavier distillate than Type 1 and is intended for use in most atomizing-type burner applications. This type of fuel is used in most domestic burners (furnaces/boilers) and in some medium capacity commercial-industrial burners where ease of handling and ready availability may justify its higher costs over residual fuels.

Le mazout de type 2 est un mazout distillé plus lourd que celui du type 1 et il est destiné à la plupart des modèles de brûleurs pulvérisateurs. Ce type de mazout est utilisé dans la plupart des brûleurs domestiques (fourneaux/chaudières) et dans quelques brûleurs commerciaux et industriels de capacité moyenne lorsque la facilité de manutention et la disponibilité peuvent justifier son coût plus élevé par rapport aux combustibles résiduels.

7.2.7 Type 4 is an industrial type of fuel intended primarily for burner installations not equipped with preheating facilities.

Le mazout de type 4 est un combustible industriel destiné principalement aux installations de chauffage non munies de dispositifs de préchauffage.

7.2.8 Type 5 is residual type of oil for burner installations equipped with preheating facilities requiring an oil of lower viscosity than Type 6.

Le mazout de type 5 est un mazout résiduel destiné aux installations de chauffage munies de dispositifs de préchauffage qui exigent un combustible d'une moins grande viscosité que celle du mazout de type 6.

7.2.9 Type 6 is a high-viscosity residual oil for use in burners equipped with preheating facilities adequate for handling oil of high viscosity.

Le mazout de type 6 est un mazout résiduel à viscosité élevée destiné aux installations munies de dispositifs de préchauffage capables d'utiliser du mazout de viscosité élevé.

7.3 Fuel-oil-burning equipment that specifies the use of fuel meeting ASTM D 396 will be satisfied by the corresponding type of fuel to this standard.

Les appareils de chauffage pour lesquels un mazout satisfaisant aux exigences de la méthode D 396 de l'ASTM est prescrit peuvent être utilisés de concert avec le type de mazout correspondant fourni sur référence à la présente norme.

7.4 The publications referred to in par. 2.1.1 may be obtained from the American Society for Testing and Materials, 1916 Race Street, Philadelphia, Pa. 19103, U.S.A.

Les publications mentionnées à l'al. 2.1.1 sont diffusées par l'American Society for Testing and Materials, 1916 Race Street, Philadelphia, Pa. 19103, U.S.A.

7.5 Related Specifications – At the time of publication, the undernoted documents were corresponding specifications (but not necessarily equivalent);

ASTM D 396 Standard Specification for Fuel Oils
U.K. Specification DEF STAN 91-9/1 (-7/0 DIESO)
U.S. Federal Specification VV-F-800B, Fuel Oil, Diesel

Spécifications connexes – Au moment de la publication de cette norme, les documents suivants constituaient des spécifications connexes (mais pas nécessairement équivalentes):

ASTM D 396 Standard Specification for Fuel Oils
U.K. Specification DEF STAN 91-9/1 (-7/0 DIESO)
U.S. Federal Specification VV-F-800B, Fuel Oil, Diesel

7.6 Burner applications that require the use of fuels meeting ASTM D 396 will be satisfied by the corresponding type of fuel to this standard. Types 00 and 0 relate to ASTM-1 requirements; Types 1 and 2 relate to ASTM-2 requirements; Type 4 relates to ASTM-4 requirements; Type 5 relates to ASTM-5-light and ASTM-5-heavy; Type 6 relates to ASTM-6.

Les brûleurs qui doivent être utilisés avec les mazouts satisfaisant aux exigences de la méthode D 396 de l'ASTM peuvent fonctionner au moyen du type de mazout correspondant fourni sur référence à la présente norme. Les types 00 et 0 correspondent aux exigences de ASTM-1, les types 1 et 2, aux exigences de ASTM-2, le type 4, aux exigences de ASTM-4, le type 5, aux exigences de ASTM-5 (léger) et ASTM-5 (lourd) et le type 6, aux exigences de ASTM-6.

**TABLE 1** **TABLEAU 1**

| | | 00 | 0 | 1 | 2 | 4 | 5 | 6 | Method Méthode ASTM |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Flash Point<br>Point d'éclair | °C, Min. | 40 | 40 | 40 | 40 | 54 | 54 | 60 | D3828<br>D 93 (a) |
| Sulphur, % mass<br>Soufre, % en masse | Max. | –<br>0.2(b) | 0.5 (b)<br>– | 0.7 (b)<br>– | 0.7 (b)<br>– | (b)<br>– | (b)<br>– | (b)<br>– | D 1552(c)<br>D 1266 |
| Pour Point<br>Point d'écoulement | °C, Max. | –51 | (d) | (d) | (d) | (d) | – | – | D 97(e) |
| Cloud Point<br>Point de trouble | °C, Max. | –48 | (d) | (d) | (d) | (d) | – | – | D 2500 |
| Water and Sediment, % vol. or mass<br>Eau et sédiments, % en vol. ou en masse | Max. | 0.01 | 0.05 | 0.05 | 0.05 | 0.50(f) | 1.00 | 2.00(g) | (h) |
| Ash, % mass<br>Cendres, % en masse | Max. | – | – | – | – | 0.10 | 0.10 | – | D 482 |
| Distillation:<br>10% recovered/récupéré, °C, Max.<br>90% recovered/récupéré, °C, Max. | | –<br>290 | 215<br>290 | 215<br>315 | –<br>360 | –<br>– | –<br>– | –<br>– | D 86 |
| Kinematic Viscosity at 40°C, $mm^2/s$, (cSt)<br>Viscosité cinématique à 40°C, $mm^2/s$, (cSt) | Min.<br>Max. | 1.2<br>– | 1.3<br>2.4 | 1.4(j)<br>3.6 | 1.6(k)<br>3.6(l) | 5.5<br>24.0 | –<br>– | –<br>– | D 445<br>D 445 |
| Kinematic Viscosity at 50°C, $mm^2/s$, (cSt)<br>Viscosité cinématique à 50°C, $mm^2/s$, (cSt) | Min.<br>Max. | –<br>– | –<br>– | –<br>– | –<br>– | –<br>– | 17.1<br>80 | 92<br>638 | D 445<br>D 445 |
| Density, at 15°C, kg/L<br>Masse volumique, kg/L, à 15°C | Max. | – | 0.850 | 0.850 | 0.900 | – | – | – | D 1298 |
| Corrosion (Copper Strip-test tube) 3 h at 100°C<br>Corrosion (Éprouvette lame de cuivre) 3 h à 100°C | Max. | No./N° 1 | No./N° 1 | No./N° 1 | No./N° 1 | – | – | – | D 130 |
| Carbon Residue, on 10% residuum, % mass<br>Résidu de carbone sur 10% de résidus, % en masse | Max. | 0.15 | 0.15 | 0.15 | 0.35 | – | – | – | D 524 |

## NOTES APPLICABLE TO DETAIL REQUIREMENTS IN TABLE 1

a. In the event of a dispute ASTM D 93 shall be the referee test method.

b. Sulfur content may be established by government regulations where the fuel is to be used, or shall be as required by contractual agreement.

c. Sulfur content of Types 0 and 1 may be determined by ASTM D 1266 (Lamp Method).

d. Pour points or cloud points, except for Type 00, shall be specified by the user as required by the conditions of storage or use or as agreed by contract. Flow improved fuel designed to provide satisfactory performance under the conditions of storage and use may also be used.

e. Modify par. 5.7 of ASTM D 97 to perform the bath changes at sample temperatures of 9°C, −6°C and then when the oil temperature is 27°C above the bath temperature.

f. This can be a distillate or a cut back residual requiring a higher limit than distillate.

g. The amount of water by distillation plus the sediment by extraction shall not exceed 2.00% mass. The amount of sediment by extraction shall not exceed 0.50% mass. A deduction in quantity shall be made for all water and sediment in excess of 1.00% mass.

h. Water and sediment of types 00, 0, 1, 2, 4, and 5 shall be determined by the centrifuge method (ASTM D 1796). For Type 6, water shall be determined by distillation (ASTM D 95) and sediment by extraction (ASTM D 473).

i. The true SI unit for viscosity is millimetre squared per second but in the interest of clarity the petroleum industry has decided to retain cSt.

These units are equivalent (i.e. 1 $mm^2/s$ = 1 cSt).

j. If the cloud point is less than −30°C, the minimum viscosity may be reduced to 1.3 $mm^2/s$.

k. If the cloud point is less than −18°C, the minimum viscosity may be reduced to 1.3 $mm^2/s$.

l. This is intended for fuels supplied to the burner at or below 5°C. Above this temperature, higher viscosity fuels may be acceptable where there is agreement.

## REMARQUES APPLICABLES AUX EXIGENCES PARTICULIÈRES DU TABLEAU 1

a. En cas de litige, la méthode D 93 de l'ASTM fera foi.

b. La teneur en soufre peut être déterminée par un règlement gouvernemental en vigueur à l'endroit où le mazout sera utilisé ou stipulée dans un contrat.

c. La teneur en soufre des mazouts de types 0 et 1 peut être déterminée par la méthode D 1266 de l'ASTM (essai à la lampe).

d. Les points d'écoulement ou les points de trouble, sauf pour le type 00, doivent être prescrits par l'utilisateur en fonction des conditions de stockage ou d'utilisation, ou selon le contrat. On peut donc également utiliser un combustible dont les propriétés d'écoulement ont été améliorées et qui est conçu pour donner un rendement satisfaisant dans les conditions de stockage et d'utilisation.

e. Modifier le par. 5.7 de la méthode d'essai D 97 de l'ASTM afin d'effectuer les changements de bain aux températures d'échantillonnage de 9°C, de −6°C et lorsque la température de l'huile dépasse de 27°C la température du bain.

f. Il peut s'agir d'un distillat ou d'un résidu fluxé exigeant une limite plus élevée que le distillat.

g. La teneur en eau et en sédiments déterminée respectivement par distillation et par extraction ne doit pas dépasser 2.00% en masse. La quantité de sédiments obtenue par extraction ne doit pas dépasser 0.50% en masse. La quantité doit être réduite lorsque la teneur en eau et en sédiments dépasse 1.00% en masse.

h. La teneur en eau et en sédiments du mazout des types 00, 0, 1, 2, 4 et 5 doit être déterminée par la méthode centrifuge (ASTM D 1796). La teneur en eau du mazout de type 6 doit être déterminée par distillation (ASTM D 95) et la teneur en sédiments par extraction (ASTM D 473).

i. Selon le Système International, la viscosité doit être exprimée en millimètres carrés par seconde, mais afin d'assurer la clarté, l'industrie du pétrole a décidé de garder cSt.

Ces deux unités sont équivalentes (i.e., 1 $mm^2/s$ = 1 cSt).

j. Si le point de trouble est inférieur à −30°C, la viscosité minimale peut être réduite à 1.3 $mm^2/s$.

k. Si le point de trouble est inférieur à −18°C, la viscosité minimale peut être réduite à 1.3 $mm^2/s$.

l. Cette valeur est prévue pour les mazouts alimentant un brûleur à une température égale ou inférieure à 5°C. On peut utiliser des mazouts à viscosité plus élevée pour les températures dépassant 5°C lorsqu'il y a eu entente à ce sujet.

CAN2-3.2-M81
April/Avril 1981
AMENDMENT No. 1
MODIFICATIF No 1
June/Juin 1983

CANADIAN GENERAL STANDARDS BOARD

Standard for

FUEL OIL, HEATING

OFFICE DES NORMES GÉNÉRALES DU CANADA

NORME

MAZOUT DE CHAUFFAGE

1. SCOPE

After par. 1.2 add:

"Warning: Fuels meeting the requirements of this standard are not satisfactory for use in wick-type kerosine burning space heaters. When in doubt consult the manufacturer of the appliance."

OBJET

À la suite du par. 2.1 ajouter ce qui suit:

"Avertissement: Les types de mazout conformes aux exigences de la présente norme ne conviennent pas aux radiateurs à mèche alimentés au kérosène. En cas de doute, consulter le fabricant de l'appareil.

Specifications Board
Supply and Services Canada

Office des normes
Approvisionnements et Services Canada

ANNEXE 4

# Standard for: Diesel Fuel, High Stability

# Norme: Combustible diesel à haute stabilité

This standard applies to one type of highly stable fuel oil derived from petroleum that, after storage periods of up to five years, is suitable for use in internal combustion engines of the compression ignition type.

La présente norme s'applique à un type de combustible diesel de haute stabilité dérivé du pétrole et qui, après des périodes de stockage allant jusqu'à cinq ans, convient aux moteurs à combustion interne à allumage par compression.

## 3-GP-30M

**December/Décembre 1977**

The CANADIAN GOVERNMENT SPECIFICATIONS BOARD, under whose auspices this standard has been developed, is a federal government agency engaged in the production of voluntary standards in a wide range of subject areas through the medium of standards committees and the consensus process. The standards committees are representative of relevant interests including producers, consumers and other users, retailers, governments, educational institutions, technical, professional and trade societies, and research and testing organizations. The CGSB has been accredited by the Standards Council of Canada as a national standards-writing organization. The standards that it develops and offers as National Standards of Canada conform to the criteria and procedures established for this purpose by the Standards Council of Canada. In addition to standards it publishes as National Standards, CGSB produces standards to meet particular needs, in response to requests from a variety of sources in both the public and private sectors.

Although the intended primary application of each standard is stated in its Definition or Scope clause, it is important to note that it remains the responsibility of the user of the standard to judge its suitability for his particular purpose.

CGSB standards are subject to periodic review to ensure that they keep abreast of technological progress. Suggestions for their improvement, which are always welcome, are brought to the notice of the standards committees concerned. Changes to standards are issued either as separate amendment sheets or in revised editions of the standards.

An up-to-date listing of CGSB standards, including details on latest issues and amendments, and ordering instructions, will be found in the Catalogue of Standards which is published annually, with a supplement, and is available without charge upon request.

Further information on the CGSB and its services and standards may be obtained from:

Canadian Government Specifications Board
Ottawa, Ontario
Canada
K1A 0S5

La présente norme a été élaborée sous les auspices de l'OFFICE DES NORMES DU GOUVERNEMENT CANADIEN dont les comités des normes, qui se prononcent à la majorité des voix, rédigent des normes facultatives intéressant les domaines les plus divers. Les comités des normes sont composés de groupes intéressés aux normes à l'étude, notamment les fabricants, les consommateurs et autres usagers, les détaillants, les gouvernements, les institutions d'enseignement, les associations techniques, professionnelles et commerciales, ainsi que les organismes de recherche et d'essai. Le Conseil canadien des normes a conféré à l'ONGC le titre d'organisme rédacteur de normes nationales. En conséquence, les normes que l'Office élabore et soumet à titre des normes canadiennes se conforment aux critères et procédures établies à cette fin par le Conseil canadien des normes. Outre la publication de normes nationales, l'ONGC rédige également des normes visant des besoins particuliers à la demande de plusieurs organismes tant du secteur privé que du secteur public.

Même si la définition ou l'objet de chaque norme détermine de façon précise l'application première que l'on peut en faire, il faut remarquer cependant qu'il incombe à l'usager, au tout premier chef, de décider si la norme peut servir aux fins qu'il envisage.

Étant donné l'évolution technique, les normes de l'ONGC font l'objet de révisions périodiques. Toutes les suggestions susceptibles d'en améliorer la teneur sont accueillies avec grand intérêt et portées à l'attention des comités des normes concernés. Les changements apportés aux normes sont publiés sous la forme de modificatifs distincts, ou incorporés dans les éditions révisées des normes.

Une liste à jour des normes de l'ONGC comprenant des renseignements sur les normes récentes et les derniers modificatifs parus et sur la façon de se les procurer figure au Catalogue des normes publié chaque année avec un supplément. Cette publication est gratuite et tout intéressé peut en faire la demande.

Pour de plus amples renseignements sur l'ONGC, ses services et ses normes, s'adresser à:

L'Office des normes du gouvernement canadien
Ottawa (Ontario)
Canada
K1A 0S5

Specifications Board

Office des normes

STANDARD FOR:
DIESEL FUEL,
HIGH STABILITY

NORME:
COMBUSTIBLE DIESEL
À HAUTE STABILITÉ

This standard is expressed in SI (Metric) units in response to the requirements of Canada's metric conversion program. It does not supersede the yard/pound version, which will be maintained as 3-GP-30 until no longer required.

Les valeurs de la présente norme sont exprimées en unités SI (métriques) conformément aux exigences du Programme canadien de conversion au système métrique. Elle ne remplace pas la norme (F)3-GP-30 dont les valeurs sont exprimées en unités verge-livre et qui restera en vigueur aussi longtemps que nécessaire.

# 3-GP-30M

**December/Décembre 1977**

PUBLISHED BY CANADIAN GOVERNMENT SPECIFICATIONS BOARD, OTTAWA, ONTARIO. K1A 0S5

© MINISTER OF SUPPLY AND SERVICES CANADA — 1977

PUBLIÉE PAR L'OFFICE DES NORMES DU GOUVERNEMENT CANADIEN, OTTAWA (ONTARIO) K1A 0S5

© MINISTRE DES APPROVISIONNEMENTS ET SERVICES CANADA — 1977

The Metric Commission Canada has granted use of the National Symbol for Metric Conversion.

La Commission du système métrique Canada a autorisé l'utilisation du symbole national de conversion au système métrique.

## COMMITTEE ON PETROLEUM PRODUCTS
## COMITÉ DES PRODUITS PÉTROLIERS

*(Membership at date of approval by the Committee)*
*(Composition à la date d'approbation)*

| | | |
|---|---|---|
| Department of Transport | Alexander, A.M. | Ministère des Transports |
| Golden Eagle Canada Ltd. | Archambault, R. | Golden Eagle Canada Ltd. |
| Hydro-Québec | Attendu, M.C. | Hydro-Québec |
| Imperial Oil Ltd. | Caverhill, J.R. | Imperial Oil Ltd. |
| Department of National Defence | Charanduk, R. | Ministère de la Défense nationale |
| Department of Industry and Commerce (Manitoba) | Chochinov, N.A. | Ministère de l'Industrie et Commerce (Manitoba) |
| Heating, Refrigerating & Air Conditioning Institute of Canada | Cryer, S.K. | Heating, Refrigerating & Air Conditioning Institute of Canada |
| Sun Oil Company Ltd. | Czornyj, N. | Sun Oil Company Ltd. |
| Gulf Oil Canada Ltd. | Donald, R.M. | Gulf Oil Canada Ltd. |
| Burmah-Castrol Canada Ltd. | Douglas, P.J. | Burmah-Castrol Canada Ltd. |
| B.P. Oil Ltd. | Fairman, A.G.C. | B.P. Oil Ltd. |
| Department of Energy, Mines and Resources | Furimsky, Dr E. | Ministère de l'Énergie, des Mines, et des Ressources |
| Department of National Defence | Grimsey, R.G. | Ministère de la Défense nationale |
| Department of National Defence | Hartwick, Capt D.R. | Ministère de la Défense nationale |
| Department of National Defence | Jones, R. | Ministère de la Défense nationale |
| Department of Public Works | Laycraft, N.E.<br>Chairman/Président | Ministère des Travaux publics |
| Texaco Canada Ltd. | MacLeod, J.L. | Texaco Canada Ltée |
| Environment Canada | Marsh, P.L. | Ministère de l'Environnement |
| Texasgulf Canada Ltd. | Millar, J. | Texasgulf Canada Ltd. |
| Air Canada | Miller, T.A. | Air Canada |
| Shell Canada Ltd. | Perry, G.T. | Shell Canada Ltée |
| Environment Canada | Rankine, G. | Ministère de l'Environnement |
| Department of Transport | Samoil, L.B. | Ministère des Transports |
| Pratt & Whitney Aircraft of Can. Ltd. | Sampath, Dr P. | Pratt & Whitney Aircraft of Can. Ltd. |
| Department of Public Works | Shimizu, T.Y. | Ministère des Travaux publics |
| Ministry of Consumer & Commercial Relations (Ontario) | Smith, G.R. | Ministère de la Consommation et du Commerce (Ontario) |
| Research Council of Alberta | Stott, G.<br>Mrs/Mme | Conseil de recherches de l'Alberta |
| Petrofina Canada Ltd. | Turcotte, P. | Petrofina Canada Ltd. |
| National Research Council of Canada | Whyte, Dr R.B. | Conseil national de recherches du Canada |
| CGSB 1985 | Robinson, R.J.<br>Secretary Secrétaire | ONGC MAS |

CANADIAN GOVERNMENT SPECIFICATIONS BOARD

Standard for

# DIESEL FUEL, HIGH STABILITY

OFFICE DES NORMES DU GOUVERNEMENT CANADIEN

Norme

# COMBUSTIBLE DIESEL À HAUTE STABILITÉ

## 1. SCOPE

1.1 This standard applies to one type of highly stable fuel oil derived from petroleum that, after storage periods of up to five years, is suitable for use in internal combustion engines of the compression-ignition type.

## OBJET

La présente norme s'applique à un type de combustible de haute stabilité dérivé du pétrole et qui, après des périodes de stockage allant jusqu'à cinq ans, convient aux moteurs à combustion interne à allumage par compression.

## 2. APPLICABLE PUBLICATIONS

2.1 The following publications are applicable to this standard:

2.1.1 American Society for Testing and Materials (ASTM)

Annual Standards for Petroleum Products and Lubricants
E 29 – Recommended Practice for Indicating which Places of Figures are to be Considered Significant in Specified Limiting Values

2.2 Reference to the above publications and to test methods therein, is to the latest issues unless otherwise specified by the authority applying this standard.

## PUBLICATIONS APPLICABLES

Les publications suivantes s'appliquent à la présente norme:

American society for Testing and Materials (ASTM)

Annual Standards for Petroleum Products and Lubricants
E 29 – Recommended Practice for Indicating which Places of Figures are to be Considered Significant in Specified Limiting Values

Sauf indication contraire de l'autorité appliquant la présente norme, ces publications s'entendent de l'édition la plus récente.

## 3. GENERAL REQUIREMENTS

3.1 The fuel shall be a clear, bright and stable liquid, free from matter likely to clog filters or damage engines.

3.2 The fuel shall be 100% straight-run hydrotreated petroleum distillate but may contain inhibitors approved by Directorate of Clothing and General Engineering of the Department of National Defence.

## EXIGENCES GÉNÉRALES

Le combustible doit être un liquide limpide, brillant, stable et exempt de substances susceptibles de boucher les filtres ou d'avarier les moteurs.

Le combustible doit être composé de 100% de distillats pétroliers obtenus par distillation directe, traités par l'hydrogène, mais peut contenir certains inhibiteurs agréés par la Direction de l'Habillement et de l'Équipement général du ministère de la Défense nationale.

## 4. DETAIL REQUIREMENTS

The fuel shall comply with the detailed requirements below, *the limits of which are absolute and not subject to correction for tolerances of test methods (par. 5.3).*

## EXIGENCES PARTICULIÈRES

Le combustible doit satisfaire aux exigences particulières suivantes *dont les limites sont absolues et ne peuvent être corrigées pour tenir compte des tolérances des méthodes d'essai (par. 5.3).*

| | | Min. | Max. | Test Method *Méthode d'essai* ASTM | |
|---|---|---|---|---|---|
| 4.1 | Flash Point, °C | 40 | – | D 93 | Point d'éclair, °C |
| 4.2 | Cloud Point, °C (NOTE 1) | – | -34 | D 2500 | Point de brouillage, °C (REMARQUE 1) |
| 4.3 | Pour Point, °C (NOTE 1) | – | -39 | D 97* | Point d'écoulement, °C (REMARQUE 1) |
| | (NOTE 1: At the discretion of the purchaser, higher cloud and pour points may be specified.) | | | | (NOTE 1: Si l'acheteur le désire, on peut spécifier des points de brouillage et d'écoulement plus élevés). |
| 4.4 | Kinematic Viscosity at 40°C, $mm^2/s$ or cSt** | 1.3 | 4.0 | D 445 | Viscosité cinématique à 40°C, $mm^2/s$ ou cSt** |
| 4.5 | Distillation | | | D 86 | Distillation |
| 4.5.1 | 90% recovered point, °C | – | 315 | | Récupération, 90%, °C |
| 4.5.2 | Final Boiling point, °C | – | 345 | | Point d'ébullition final, °C |
| 4.6 | Water and Sediment (Centrifuge) % vol | – | 0.05 | D 1796 | Eau et sédiments (centrifugation), % en volume |
| 4.7 | Total Acid Number | – | 0.5 | D 974 | Indice d'acide total |
| 4.8 | Strong Acid Number | – | Nil/*Néant* | D 974 | Indice d'acide fort |
| 4.9 | Strong Base Number | – | Nil/*Néant* | D 974 | Indice basique fort |
| 4.10 | Sulfur, % mass | – | 0.20 | D 1552 | Teneur en soufre, % en masse |
| 4.11 | Corrosion (Copper Strip-test-Tube), 3 h at 100°C | – | No. 1 | D 130 | Corrosion (lame de cuivre-tube d'essai) 3 h à 100°C |
| 4.12 | Carbon Residue (Ramsbottom) on 10% bottoms, % mass | – | 0.20 | D 524 | Résidu de carbone (Ramsbottom) sur 10% de résidus de distillation, % en masse |
| 4.13 | Ignition Quality, Cetane No. or Cetane Index | 40<br>40 | –<br>– | D 613***<br>D 976 | Aptitude à l'allumage, numéro ou indice de cétane |
| 4.14 | Dynamic Stability Test, total sediment, mg/100 mL | – | 1.5 | D 2274 | Essai de stabilité dynamique, sédiment total, mg/100 mL |
| 4.15 | **Additives** | | | | **Additifs** |
| 4.15.1 | Ignition improvers are not acceptable. | | | | Les substances améliorant l'allumage ne sont pas acceptables. |
| 4.15.2 | When inhibitors are included in the fuel, the supplier shall state to the purchaser on test certificates, for material on import or manufacture, the amount and name of the additives added to the fuel. | | | | Si des inhibiteurs sont ajoutés au combustible, le fournisseur doit déclarer à l'acheteur sur les certificats d'essai des produits, à l'importation ou à la fabrication, le nom et la dose de ces additifs. |

*Modify par. 5.7 of ASTM D 97 to perform the bath changes at sample temperatures of 9°C, –6°C and when the oil temperature is 27°C above the bath temperature.

**The true SI unit for viscosity is millimetre squared per second but in the interest of clarity the petroleum industry has decided to retain cSt. These units are equivalent (i.e. 1 $mm^2/s$ = 1 cSt.)

***In the event of dispute ASTM D 613 Cetane Number shall be the referee method

*Modifier le par. 5.7 de la méthode d'essai D 97 de l'ASTM pour effectuer les changements de bain aux températures d'échantillonnage de 9°C, de –6°C et lorsque la température de l'huile est de 27°C supérieure à la température du bain.

**D'après le système International, la viscosité doit être exprimée en millimètres carrés par seconde, mais pour assurer la clarté l'industrie du pétrole a décidé de garder cSt. Les deux unités sont équivalentes (c.-à-d. 1 $mm^2/s$ = 1 cSt.)

***En cas de litige, le numéro de cétane de la méthode D 613 de l'ASTM fera foi.

## 5. INSPECTION

5.1 Acceptance tests shall consist of tests for all requirements of this standard.

5.2 **Acceptance Test Sample** — A sample of not less than eight litres of the finished product and four litres of the product before the addition of additives shall be provided for acceptance tests and shall be obtained in accordance with ASTM D 270.

5.3 **Assessment of Conformance to the Standard** — For tests carried out by the inspection laboratory, average results shall be used if multiple determinations are made. For those test methods where repeatability data are given, the average value derived from the individual results that agree within the repeatability limits may be used at the discretion of the Inspection Authority, provided an indication is given of the total number of results obtained, and the number falling outside the repeatability limits. For purposes of determining conformance with each requirement, an observed value or calculated value shall be rounded off to the nearest unit in the last right-hand place of figures used in expressing the limiting value, in accordance with the rounding-off procedure given in ASTM E 29.

## 6. NOTES

6.1 **Intended Use** — High-stability diesel fuel oil may be required to be stored for periods of up to five years before use in diesel engines.

6.2 **Related CGSB Standards**

3-GP-3M Kerosine

3-GP-6M Diesel Fuel (Type A).

6.3 The publications referred to in par. 2.1.1 may be obtained from the American Society for Testing and Materials, 1916 Race Street, Philadelphia, Pa., 19103, U.S.A.

6.4 Information regarding approval of additives may be obtained from the Directorate of Clothing and General Engineering, Canadian Forces Headquarters, Ottawa, Canada, K1A 0K2.

## INSPECTION

Les essais de réception devront comprendre des essais répondant à toutes les prescriptions de cette norme.

**Échantillons pour essai de réception** — Des échantillons d'au moins huit litres du produit fini et de quatre litres du produit avant qu'on ait ajouté les additifs doivent être fournis pour les essais de réception. Ils devront être prélevés selon D 270 de l'ASTM.

**Évaluation de la conformité à la présente norme** — Si le laboratoire d'inspection procède à des mesures répétées, il faudra prendre les valeurs moyennes, sauf lorsque des limites de répétabilité sont spécifiées dans les méthodes d'essai. Dans ce dernier cas, on pourra utiliser, avec l'autorisation des services officiels d'inspection, la valeur moyenne obtenue à partir des résultats tombant dans les limites de répétabilité, à condition d'indiquer le nombre total de mesures effectuées et le nombre tombant hors des limites de répétabilité. Pour établir la conformité aux exigences, les valeurs observées ou calculées doivent être arrondies selon les spécifications de la norme E 29 de l'ASTM à l'unité la plus proche, pour le dernier chiffre à droite.

## REMARQUES

**Utilisations prévues** — Il arrivera que le combustible diesel de haute stabilité doive être entreposé pendant des périodes allant jusqu'à cinq ans avant d'être utilisé dans des moteurs diesel.

**Normes connexes**

3-GP-3M, Kérosène.

3-GP-6M, Combustible diesel (Type A).

Les publications mentionnées à l'al. 2.1.1 sont diffusées par l'American Society for Testing and Materials, 1916 Race Street, Philadelphia, Pa., 19103, U.S.A.

Les renseignements nécessaires sur les additifs agréés sont diffusés par la Direction de l'Habillement et l'Équipement général, Quartiers généraux des Forces canadiennes Ottawa, Canada, K1A 0K2.

Designation: D 396 – 80

An American National Standard

# Standard Specification for FUEL OILS[1]

This standard is issued under the fixed designation D 396; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval.

*This method has been approved for use by agencies of the Department of Defense and for listing in the DoD Index of Specifications and Standards*

## 1. Scope

1.1 This specification (Note 1) covers grades of fuel oil intended for use in various types of fuel-oil-burning equipment under various climatic and operating conditions.

NOTE 1—For information on the significance of the terminology and test methods used in this specification, see the Appendix.

1.2 This specification is for the use of purchasing agencies in formulating specifications to be included in contracts for purchases of fuel oils and for the guidance of consumers of fuel oils in the selection of the grades most suitable for their needs.

NOTE 2—Nothing in this specification, shall preclude observance of federal, state, or local regulations which may be more restrictive.

1.3 The values stated in SI units are to be regarded as standard. The values stated in inch-pound units are for information only.

## 2. Applicable Documents

2.1 *ASTM Standards:*

D 56 Test for Flash Point by Tag Closed Tester[2]

D 86 Distillation of Petroleum Products[3]

D 93 Tests for Flash Point by Pensky-Martens Closed Tester[2]

D 95 Test for Water in Petroleum Products and Bituminous Materials by Distillation[2]

D 97 Tests for Pour Point of Petroleum Oils[2]

D 129 Test for Sulfur in Petroleum Products (General Bomb Method)[2]

D 130 Detection of Copper Corrosion from Petroleum Products by the Copper Strip Tarnish Test[4]

D 287 Test for API Gravity of Crude Petroleum and Petroleum Products (Hydrometer Method)[2]

D 445 Test for Kinematic Viscosity of Transparent and Opaque Liquids (and the Calculation of Dynamic Viscosity)[2]

D 473 Test for Sediment in Crude Oils and Fuel Oils by Extraction[2]

D 482 Test for Ash from Petroleum Products[2]

D 524 Test for Ramsbottom Carbon Residue of Petroleum Products[2]

D 1266 Test for Sulfur in Petroleum Products (Lamp Method)[2]

D 1552 Test for Sulfur in Petroleum Products (High-Temperature Method)[2]

D 1659 Test for Maximum Fluidity Temperature of Residual Fuel Oil[2]

D 1796 Test for Water and Sediment in Crude Oils and Fuel Oils by Centrifuge[3]

D 2622 Test for Sulfur in Petroleum Products (X-Ray Spectrographic Method)[3]

D 3245 Test for Pumpability of Industrial Fuel Oils[4]

## 3. General Requirements

3.1 The grades of fuel oil specified herein shall be homogeneous hydrocarbon oils, free from inorganic acid, and free from excessive amounts of solid or fibrous foreign matter likely to make frequent cleaning of suitable strainers necessary.

3.2 All grades containing residual components shall remain uniform in normal storage and not separate by gravity into light and heavy oil components outside the viscosity limits for the grade.

## 4. Detailed Requirements

4.1 The various grades of fuel oil shall conform to the limiting requirements shown in Table 1.

4.2 Modifications of limiting requirements to meet special operating conditions agreed upon between the purchaser, the seller, and the supplier shall fall within limits specified for each grade, except as stated in supplementary footnotes for Table 1.

## 5. Test Methods

5.1 The requirements enumerated in this specification shall be determined in accordance with the following ASTM methods,[5] except as may be required under 5.1.1.

5.1.1 *Flash Point*—Method D 93, except where other methods are prescribed by law for the determination of minimum flash point. For Grades No. 1 and No. 2, Method D 56, may be used as an alternative with the same limits, provided the flash point is below 79.4°C (175°F) and the viscosity is below 5.8 cSt (45 SUS) at 38°C (100°F). This method will give slightly lower values. In cases of dispute, Method D 93 shall be used as the referee method.

5.1.2 *Pour Point*—Method D 97. Alternative test methods that indicate flow point properties may be used for low sulfur residual fuels by agreement between purchaser and supplier.

5.1.3 *Water and Sediment*—The water and sediment in Grades Nos. 1, 2, 4, and 5 shall be determined in accordance with Method D 1796 and Grade No. 6 by Method D 95, and Method D 473.

5.1.4 *Carbon Residue*—Method D 524.

5.1.5 *Ash*—Method D 482.

5.1.6 *Distillation*—Distillation of Grade No. 1 and No. 2 oils shall be determined in accordance with Method D 86.

5.1.7 *Viscosity*—Viscosity shall be determined in accordance with Method D 445.

5.1.8 *Gravity*—Method D 287.

5.1.9 *Corrosion*—Method D 130, 3 h test at 50°C (122°F).

5.1.10 *Sulfur*—The sulfur content of any grade may be determined by any of the following methods. Method D 129, Method D 1552, or Method D 2622. In addition, the sulfur of Grade No. 1 may be determined by Method D 1266.

---

[1] This specification is under the jurisdiction of ASTM Committee D-2 on Petroleum Products and Lubricants. Current edition approved Aug. 29, 1980. Published October 1980. Originally published as D 396 – 34 T. Last previous edition D 396 – 79.

[2] *1983 Annual Book of ASTM Standards*, Vol 05.01

[3] *1983 Annual Book of ASTM Standards*, Vol 05.02

[4] *1984 Annual Book of ASTM Standards*, Vol 05.03

[5] For information on the precision of the ASTM methods of test for fuel oils refer to "An Evaluation of Methods for Determination of Sulfur in Fuel Oils" by A. R. Crawford, Esso Mathematics & Systems Inc. and G. V. Dyroff, Esso Research and Engineering Co., 1969. This document is available from the Publications Section, American Petroleum Institute, 2101 L St., N.W., Washington, D.C. 20037.

TABLE 1 Detailed Requirements for Fuel Oils[A]

| Grade of Fuel Oil | Flash Point, °C (°F) | | Pour Point, °C (°F) | | Water and Sediment, vol % | Carbon Residue on 10 % Bottoms, % | Ash, weight % | Distillation Temperatures, °C (°F) | | | | Saybolt Viscosity, s[B] | | | | Kinematic Viscosity, cSt[C] | | | | | | Specific Gravity 60/60°F (deg API) | Copper Strip Corrosion | Sulfur, % |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | | | | | | 10 % Point | | 90 % Point | | Universal at 38°C (100°F) | | Furol at 50°C (122°F) | | At 38°C (100°F) | | At 40°C (104°F) | | At 50°C (122°F) | | | | |
| | Min | Max | Min | Max | Max | Max | Max | Max | Min | Min | Max | Min | Max | Min | Max | Min | Max | Min | Max | Min | Max | Max | Max | Max |
| No. 1<br>A distillate oil intended for vaporizing pot-type burners and other burners requiring this grade of fuel | 38 (100) | | −18[D] (0) | | 0.05 | 0.15 | ... | 215 (420) | ... | 288 (550) | | ... | | ... | | 1.4 | 2.2 | 1.3 | 2.1 | | ... | 0.8499 (35 min) | No. 3 | 0.5 |
| No. 2<br>A distillate oil for general purpose heating for use in burners not requiring No. 1 fuel oil | 38 (100) | | −6[D] (20) | | 0.05 | 0.35 | ... | ... | 282[E] (540) | 338 (640) | | (32.6) | (37.9) | ... | ... | 2.0[F] | 3.6 | 1.9[F] | 3.4 | | ... | 0.8762 (30 min) | No. 3 | 0.5[G] |
| No. 4 (Light)<br>Preheating not usually required for handling or burning | 38 (100) | | −6[D] (20) | | 0.50 | ... | 0.05 | ... | ... | ... | | (32.6) | (45) | ... | ... | 2.0 | 5.8 | | | | ... | 0.8762[H] (30 max) | | |
| No. 4<br>Preheating not usually required for handling or burning | 55 (130) | | −6[D] (20) | | 0.50 | ... | 0.10 | ... | ... | ... | | (45) | (125) | ... | ... | 5.8 | 26.4[I] | 5.5 | 24.0[I] | | ... | ... | ... | ... |
| No. 5 (Light)<br>Preheating may be required depending on climate and equipment | 55 (130) | | ... | | 1.00 | ... | 0.10 | ... | ... | ... | | (>125) | (300) | ... | ... | >26.4 | 65[I] | >24.0 | 58[I] | | ... | ... | ... | ... |
| No. 5 (Heavy)<br>Preheating may be required for burning and, in cold climates, may be required for handling | 55 (130) | | ... | | 1.00 | ... | 0.10 | ... | ... | ... | | (>300) | (900) | (23) | (40) | >65 | 194[I] | >38 | 168[I] | (42) | (81) | | | |
| No. 6<br>Preheating required for burning and handling | 60 (140) | | [J] | | 2.00[K] | ... | ... | ... | ... | ... | | (>900) | (9000) | (>45) | (300) | ... | ... | | | >92 | 638[I] | | | |

TABLE 1 *Continued*

[A] It is the intent of these classifications that failure to meet any requirement of a given grade does not automatically place an oil in the next lower grade unless in fact it meets all requirements of the lower grade.

[B] In countries outside the United States other sulfur limits may apply.

[C] Lower or higher pour points may be specified whenever required by conditions of storage or use. When pour point less than −18°C (0°F) is specified, the minimum viscosity for grade No. 2 shall be 1.7 cSt (31.5 SUS) and the minimum 90 % point shall be waived.

[D] Viscosity values in parentheses are for information only and not necessarily limiting.

[E] The amount of water by distillation plus the sediment by extraction shall not exceed 2.00 %. The amount of sediment by extraction shall not exceed 0.50 %. A deduction in quantity shall be made for all water and sediment in excess of 1.0 %.

[F] Where low sulfur fuel oil is required, fuel oil falling in the viscosity range of a lower numbered grade down to and including No. 4 may be supplied by agreement between purchaser and supplier. The viscosity range of the initial shipment shall be identified and advance notice shall be required when changing from one viscosity range to another. This notice shall be in sufficient time to permit the user to make the necessary adjustments.

[G] This limit guarantees a minimum heating value and also prevents misrepresentation and misapplication of this product as Grade No. 2.

[H] Where low sulfur fuel oil is required, Grade 6 fuel oil will be classified as low pour +15°C (60°F) max or high pour (no max). Low pour fuel oil should be used unless all tanks and lines are heated.


D 396

## APPENDIX

## X1. SIGNIFICANCE OF ASTM SPECIFICATION FOR FUEL OILS

### X1.1 Scope

X1.1.1 ASTM Specification D 396 divides fuel oils into grades based upon the types of burners for which they are suitable. It places limiting values on several of the properties of the oils in each grade. The properties selected for limitation are those that are believed to be of the greatest significance in determining the performance characteristics of the oils in the types of burners in which they are most commonly used.

### X1.2 Classes

X1.2.1 Because of the methods employed in their production, fuel oils fall into two broad classifications distillates and residuals. The distillates consist of overhead or distilled fractions. The residual are bottoms remaining from the distillation, or blends of these bottoms with distillates. In Specification D 396, Grades No. 1 and No. 2 are distillates and the grades from No. 4 to No. 6 are usually residual, although some heavy distillates may be sold as Grade No. 4.

### X1.3 Grades

X1.3.1 *Grade No. 1* is a light distillate intended for use in burners of the vaporizing type in which the oil is converted to a vapor by contact with a heated surface or by radiation. High volatility is necessary to ensure that evaporation proceeds with a minimum of residue.

X1.3.2 *Grade No. 2* is a heavier distillate than grade No. 1. It is intended for use in atomizing type burners which spray the oil into a combustion chamber where the tiny droplets burn while in suspension. This grade of oil is used in most domestic burners and in many medium capacity commercial-industrial burners where its ease of handling and ready availability sometimes justify its higher cost over the residual fuels.

X1.3.3 *Grade No. 4 (Light)* is usually a light residual but it sometimes is a heavy distillate. It is intended for use both in pressure-atomizing commercial-industrial burners not requiring higher cost distillates and in burners equipped to atomize oils of higher viscosity. Its permissible viscosity range allows it to be pumped and atomized at relatively low storage temperatures.

X1.3.4 *Grade No. 4* is usually a light residual, but it sometimes is a heavy distillate. It is intended for use in burners equipped with devices that atomize oils of higher viscosity than domestic burners can handle. Its permissible viscosity range allows it to be pumped and atomized at relatively low storage temperatures. Thus in all but extremely cold weather it requires no preheating for handling.

X1.3.5 *Grade No. 5 (Light)* is residual fuel of intermediate viscosity for burners capable of handling fuel more viscous than grade No. 4 without preheating. Preheating may be necessary in some types of equipment for burning and in colder climates for handling.

X1.3.6 *Grade No. 5 (Heavy)* is a residual fuel more viscous than Grade No. 5 (light) and is intended for use in similar service. Preheating may be necessary in some types of equipment for burning and in colder climates for handling.

X1.3.7 *Grade No. 6*, sometimes referred to as "Bunker C," is a high-viscosity oil used mostly in commercial and industrial heating. It requires preheating in the storage tank to permit pumping, and additional preheating at the burner to permit atomizing. The extra equipment and maintenance required to handle this fuel usually preclude its use in small installations.

X1.3.8 Residual fuel oil supplied to meet regulations requiring low sulfur content may differ from the grade previously supplied. It may be lower in viscosity (and fall into a different grade number). If it must be fluid at a given temperature, Method D 97 may not accurately reflect the pour point which can be expected after a period of storage. It is suggested that the purchaser and supplier discuss the proper handling and operating techniques for a given low-sulfur residual fuel oil in the installation where it is to be used.

### X1.4 Significance of Test Methods

X1.4.1 The significance of the properties of fuel oil on which limitations are placed by the specification is as follows:

X1.4.1.1 *Flash Point*—The flash point of a fuel oil is an indication of the maximum temperature at which it can be stored and handled without serious fire hazard. The minimum permissible flash point is usually regulated by federal, state, or municipal laws and is based on accepted practice in handling and use.

X1.4.1.2 *Pour Point*—The pour point is an indication of the lowest temperature at which a fuel oil can be stored and still be capable of flowing under very low forces. The pour point is prescribed in accordance with the conditions of storage and use. Higher pour point fuels are permissible where heated storage and adequate piping facilities are provided. An increase in pour point may occur when residual fuel oils are subjected to cyclic temperature variations that may occur in the course of storage or when the fuel is preheated and returned to storage tanks. To predict these properties, test methods such as British Admiralty Method VII, Method D 2749, IP 309, or Method D 1659, may be required.

X1.4.1.3 *Water and Sediment*—Appreciable amounts of water and sediment in a fuel oil tend to cause fouling of facilities for handling it, and to give trouble in burner mechanisms. Sediment may accumulate in storage tanks and on filter screens or burner parts, resulting in obstruction to flow of oil from the tank to the burner. Water in distillate fuels may cause corrosion of tanks and equipment and it may cause emulsions in residual fuels.

X1.4.1.4 *Carbon Residue*—The carbon residue of a fuel is a measure of the carbonaceous material left after all the volatile components are varporized in the absence of air. It is a rough approximation of the tendency of a fuel to form deposits in vaporizing burners, such as pot-type and sleeve-type burners, where the fuel is vaporized in an air-deficient atmosphere.

To obtain measurable values of carbon residue in the lighter distillate fuel oils, it is necessary to distill the oil to remove 90 % of it in accordance with ASTM Method D 86, Test for Distillation of Petroleum Products,[2] and then determine the carbon residue concentrated in the remaining 10 % bottoms.

X1.4.1.5 *Ash*—The amount of ash is the quantity of noncombustible material in an oil. Excessive amounts may indicate the presence of materials that cause high wear of burner pumps and valves, and contribute to deposits on boiler heating surfaces.

X1.4.1.6 *Distillation*—The distillation test shows the volatility of a fuel and the ease with which it can be vaporized. The test is of greater significance for oils that are to be burned in vaporizing type burners than for the atomizing type. For example, the maximum 10 % and 90 % distilled temperatures are specified for grade No. 1 fuel. The limiting 10 % value assures easy starting in vaporizing type burners and the 90 % limit excludes heavier fractions that would be difficult to vaporize.

The limits specified for grade No. 2 heating oil define a product that is acceptable for burners of the atomizing type in household heating installations. Distillation limits are not specified for fuel oils of grades Nos. 4, 5, and 6.

X1.4.1.7 *Viscosity Limits for Grades Nos. 1 and 2*—The viscosity of an oil is a measure of its resistance to flow. In fuel oil it is highly significant since it indicates both the relative ease with which the oil will flow or may be pumped, and the ease of atomization.

Viscosity limits for No. 1 and No. 2 grades are specified to help maintain uniform fuel flow in appliances with gravity flow, and to provide satisfactory atomization and constant flow rate through the small nozzles of household burners. For the heavier grades of industrial and bunker fuel oils, viscosity is of major importance, so that adequate preheating facilities can be provided to permit them to be pumped to the burner and to provide good atomization. However, it is equally important that the maximum viscosity under the existing conditions be such that the oil can be pumped satisfactorily from the storage tank to the preheater.

X1.4.1.8 *Gravity*—Gravity alone is of little significance as an indication of the burning characteristics of fuel oil. However, when used in conjunction with other properties, it is of value in weight-volume relationships and in calculating the heating value of an oil.

X1.4.1.9 *Corrosion*—The corrosion test serves to indicate the presence or absence of materials that might corrode copper, brass, and bronze components of the fuel system. This property is specified only for No. 1 distillate fuel.

X1.4.1.10 Limited sulfur content of fuel oil may be required for special uses in connection with heat treatment, nonferrous metal, glass, and ceramic furnaces or to meet federal, state or local legislation or regulations.

*The American Society for Testing and Materials takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.*

*This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, 1916 Race St., Philadelphia, Pa. 19103.*